

T.C
İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ELEKTROKİMYASAL OLARAK ÜRETİLEN MANYETİK NANOTELLERDE
MANYETOEMPEDANS ETKİ

Ece AYDOĞMUŞ İLHAN

YÜKSEKLİSANS TEZİ
FİZİK ANA BİLİM DALI

MALATYA

EYLÜL 2014

Tezin Başlığı : “ELEKTROKİMYASAL OLARAK ÜRETİLEN MANYETİK NANOTELLERDE MANYETOEMPEDANS ETKİ”

Tezi Hazırlayan : Ece AYDOĞMUŞ İLHAN

Sınav Tarihi : 26.09.2014

Yukarıda adı geçen tez jürimizce değerlendirilerek Fizik Ana Bilim Dalında Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Sınav Jüri Üyeleri

Tez Danışmanı : **Prof. Dr.Funda Ersoy ATALAY (Üye)**
İnönü Üniversitesi
Prof. Dr.Funda Ersoy ATALAY (Üye)
İnönü Üniversitesi
Doç. Dr. Nevzat BAYRİ (Başkan)
İnönü Üniversitesi

Prof. Dr. Mehmet ALPASLAN
Enstitü Müdürü

“Bu yüksek lisans çalışması, 111T761 nolu Tübitak projesi ile İnönü Üniversitesi
Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi
2012/185 nolu Araştırma Projesi tarafından desteklenmiştir. Teşekkür ederiz.”

ONUR SÖZÜ

Yüksek lisans Tezi olarak sunduđum “Elektrokimyasal Olarak Üretilen Manyetik Nanotellerde Manyetoempedans Etki” başlıklı bu çalışmanın bilimsel ahlak ve geleneklere aykırı düşecek bir yardıma başvurmaksızın tarafımdan yazıldığını ve yararlandığım bütün kaynakların, hem metin içinde hem de kaynakçada yöntemine uygun biçimde gösterilenlerden oluştuđunu belirtir, bunu onurumla doğrularım.

Ece AYDOĐMUŞ İLHAN

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ELEKTROKİMYASAL OLARAK ÜRETİLEN MANYETİK NANOTELLERDE MANYETOEMPEDANS ETKİ

Ece Aydoğmuş İlhan

İnönü Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

xiii+ 99 sayfa

2014

Danışman: Prof. Dr. Funda Ersoy ATALAY

ÖZET

Son zamanlarda manyetoempedans etki (MI) manyetik alan sensörü, kuvvet sensörü, akım sensörü ve biyosensör olarak teknolojide kullanılmaya başlanmıştır. Gelişen teknoloji ile birlikte mümkün olduğu derecede küçük sensörlerin üretimi kaçınılmaz hale gelmiştir. Geliştirilen bazı MI sensörler nanoTesla mertebesinde hassasiyete sahiptirler, fakat genel olarak geliştirilen en küçük MI sensör 2-3 mm boyutundadır.

Bu nedenle, bu tezde manyetik nanotellerin manyetoempedans özellikleri çalışılmıştır. Öncelikle NiFe ve ConiFe nanoteller dc elektrokimyasal toplama tekniği ile anodik olarak oksitlenmiş çok yüksek yoğunlukta gözeneklere sahip alumina (AAO) tabanların içinde üretildi. Elektrokimyasal toplanma süresince çözeltinin iyon konsantrasyonu, pH' ı, sıcaklığı ve depozisyon potansiyeli gibi elektrokimyasal banyo

parametreleri sabit tutulmuştur. Taramalı ve geçirimli elektron mikroskobu çalışmalarından nanotellerin çaplarının 250-310 nm ve boylarının 25-40 µm olduğu gözlenmiştir.

İkinci olarak, nanotel düzenlerinin her iki tarafına elektriksel kontaklar yapılarak, nanotellerin manyetoempedans özellikleri araştırıldı. Bütün MI eğrileri yüksek şekil anizotropisinden dolayı tek pik davranışı göstermiştir. Maksimum MI değişimi, NiFe nanotelleri için 79 MHz sürücü akım frekansında ~1.45 % iken, CoNiFe nanoteller için % 2.72 civarında ölçülmüştür. Artan sürücü akım frekansı ile birlikte MI önce artmış, daha sonra keskin bir pik verdikten sonra tekrar azalmıştır.

Son olarak tek bir NiFe nanotele odaklanmış iyon demet sistemi (FIB) ile kontak yapılarak, tek bir nanotelin MI özellikleri araştırılmıştır. Düşük frekanslarda MI değişimi % 1' in altında iken 4 GHz' de değişim % 3.5' a yaklaşmıştır ve daha yüksek frekanslarda MI değişimi tekrar azalmıştır.

Anahtar Kelimeler: manytoempedans, nanotel, elektrokimyasal toplama, nanokontakt.

ABSTRACT

Ph.D. Thesis

PRODUCTION of MAGNETIC NANO WIRES BY ELECTRODEPOSITION TECHNIQUE and THEIR PROPERTIES

Ece AYDOGMUS

Inonu University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

xiii+ 99 pages

2014

Supervisor: Prof. Dr. Funda Ersoy ATALAY

Recently, the effect of magnetoimpedance (MI) has been used in technology such as magnetic field sensor, force sensor, current sensor and biosensor. The production of sensors as small as possible inevitable with developing technology. Some of the developed MI sensor has a nanoTesla resolution, but the smallest developed MI sensor has 2-3mm length.

Therefore, in this thesis, magnetoimpedance properties of magnetic nanowires were studied. First, NiFe and CoNiFe nanowires were grown in highly ordered porous anodic alumina oxide (AAO) templates by dc electrodeposition. During the deposition process some electrochemical bath parameters such as ion content, pH, deposition voltage, and temperature of solution were kept constant. Scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) images showed that wires have diameters of about 250-310 nm and length 25-40 μm .

Second, electrical contacts were made on both sides of the nanowire array and their magnetoimpedance (MI) properties were investigated. All the MI curves showed single peak behavior due to the high shape anisotropy. The maximum MI change at the 79 MHz driving current frequency was $\sim 1.45\%$ for NiFe nanowires. The maximum MI change at the 33 MHz driving current frequency was 2.72% for CoNiFe nanowires. The magnitude of MI first increases and after a sharp peak, it starts to decrease with increasing driving current frequency.

Finally, metal contacts to single NiFe nanowire was obtained using focused ion beam (FIB) system, the MI properties of single nanowire was also investigated. Although the MI change at low frequency was under 1% , it was approached to 3.5% at the 4 GHz. Maximum MI change was again decreased at higher frequencies.

Keywords: magnetoimpedance, nanowire, electrodeposition, nanocontact.

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının her aşamasında yardım ve desteklerini esirgmeden beni her konuda yönlendiren, hiçbir şekilde maddi manevi desteğini esirgemeyen yaşamıma yön veren tez yöneticisi hocam Sayın Prof. Dr. Funda Ersoy ATALAY'a;

Çalışmalarım süresince gösterdikleri yoğun ilgi, maddi ve manevi desteklerinden ayrıca Manyetik ölçümlerimin alınmasındaki yardımlarından dolayı Bölümümüz Öğretim Üyelerinden Sayın Prof. Dr. Selçuk ATALAY'a;

Deneysel çalışmalarım sırasında yardımlarını esirgemeyen büyük bir sabırla her konuda yardımcı olan Yrd. Doç.Dr Harun KAYA' ya, ve Dr. Vedat YAĞMUR' a;

Ayrıca her fırsatta yardım ve desteklerinden dolayı Bölümümüz Öğretim Üyelerinden, Doç. Dr. Hüseyin GENCER' e, Doç.Dr. Nevzat BAYRI' ye, Doç.Dr. V. Serkan KOLAT' a ve Doç.Dr. Tekin İZGİ' ye;

Yine deneysel çalışmalarım sırasında yardımlarından dolayı çalışma arkadaşım Duygu AVCU' ya;

SEM ve EDX ölçümlerimin alınmasında bana yardımda bulunan IBTAM personeli Uzm. Murat ÖZABACI' ya;

Bana her zaman yardımcı olan babam Fikri AYDOĞMUŞ' a, annem Tülay AYDOĞMUŞ' a, kardeşlerim Ebru ve Mustafa AYDOĞMUŞ' a, annanem Sevim GÜLERCE' ye dedem Mustafa GÜLERCE' ye ve de büyük bir sabırla her zaman yanımda olan sevgili eşim Özhan İLHAN' a;

Ayrıca bu projeye olan maddi desteğinden dolayı İnönü Üniversitesi Araştırma Projeleri Birimine ve TÜBİTAK'a;

Sonsuz teşekkürlerimi bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	iii
TEŞEKKÜR.....	v
İÇİNDEKİLER.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	viii
TABLolar DİZİNİ.....	xvi
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xvii
1. GİRİŞ.....	1
2. MANYETİK ÖZELLİKLER.....	7
2.1 Manyetik Histerisiz Eğrisi	9
2.1.1 Manyetik domeyn	10
2.1.2 Manyetokristal anizotropi.....	11
2.1.3 Manyetostriksiyon Ve Stres Anizotropi.....	12
2.1.4 Şekil Anizotropi.....	13
2.1.5 Zeeman Enerji.....	17
2.1.6 Değiş-Tokuş Enerjisi	17
2.1.7 Stoner-Wohlfarth Modeli.....	17
2.1.7.1 Koherent Dönme.....	18
2.1.7.2 Kıvrılma Modu	21
2.2 NANOTELLERDE MANYETİK DÜZENLENİŞ VE TERSİNİRLİK.....	22
2.3 KAYNAK ÖZETLERİ.....	23
2.4 MANYETOEMPEDANS ETKİ (GMI).....	42
2.5 GMI ETKİNİN TEORİSİ	43
2.5.1. Düşük Frekans Bölgesi.....	44
2.5.2. Orta Frekans Bölgesi (Magneto-empedans etki).....	45

2.5.3.	Yüksek frekans rejimi (Ferromagnetik rezonans).....	46
2.6	YÜZEY ETKİSİ.....	46
3.	MATERYAL VE YÖNTEM	49
3.1.	ELEKTROKİMYASAL NANOTEL ELDE ETME YÖNTEMİ.....	49
3.1.1.	Elektrot Kinetiği	49
3.1.2.	Potansiyostat Sistemi	52
3.1.3	Elektrotların Hazırlanması	53
3.1.4.	Çözelti Hazırlanması.....	53
3.1.5	pH Ölçümü.....	54
3.2.	Elektriksel Kontak Oluşturma.....	54
3.3	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	55
3.4	EDX Analiz Yöntemi	56
3.5	Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM).....	57
3.6.	Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM).....	58
3.7	Titreşimli Numune Manyetometrisi	59
3.8	Manyetoempedans Ölçüm Sistemi	59
4.	DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA	61
4.1.	NiFe Nanotellerin Elektrokimyasal Olarak Üretilmesi	61
4.2	NiFe Nanotellerine Toplanma Potansiyelinin Etkisi	62
4.3.	NiFe Nanotelleri İçin Yüksek Frekanslarda Empedans Çalışmaları	75
4.4	CoNiFe Nanotellerin Elektrokimyasal Olarak Üretilmesi.....	76
4.5.	CoNiFe Nanoteller İçin Yüksek Frekanslarda Empedans Çalışmaları.....	84
4.6	Tek Bir Nanotele Kontak İşlemi Ve MI Ölçümü.....	85
4.7	NiFe Nanotelleri İçin Yapılan AFM Çalışmaları.....	90
5.	SONUÇ VE YORUM.....	91
6.	KAYNAKLAR.....	93
7.	ÖZGEÇMİŞ.....	97

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1.	Nanoyapıların boyut olarak sınıflandırılması.....	3
Şekil 1.2.	Laboratuvarda ürettiğimiz farklı düzenlenişteki nanoteller.....	4
Şekil 2.1.	Diamanyetik malzemelerde bulunan manyetik dipol momentlerin uygulanılan manyetik alana göre yönelimleri.....	5
Şekil 2.2.	Paramanyetik malzemede bulunan manyetik dipol momentlerin uygulanılan manyetik alana göre değişimi.....	6
Şekil 2.3.	Ferromanyetik malzemede bulunan manyetik dipol momentlerin a) manyetik alan yokluğunda b) manyetik alan altında düzenlenişleri.	6
Şekil 2.4.	Antiferromanyetik malzemede bulunan manyetik momentlerin düzenlenimi.....	8
Şekil 2.5.	Ferrimanyetik malzemede bulunan manyetik momentlerin düzenlenişi.....	8
Şekil 2.6.	Sert ve yumuşak manyetik malzemelerin histerisiz çevrimleri.....	9
Şekil 2.7.	Manyetizasyon histerisiz eğrisi	10
Şekil 2.8.	Manyetik domeynlerin gösterimi	11
Şekil 2.9.	Eliptik bir parçacığın anizotropisine manyetostatik katkı a) atomik görüntü, b) mikroskobik görüntü	13
Şekil 2.10.	c>a=b durumu (uzamış yuvarlağımsı) b) c>>a>b durumu (ince elipsoid) c) c=b>a (kutupları basık küre)	14
Şekil 2.11.	Demanyetizasyon faktörünün en boy fonksiyonuna göre değişimi.....	16
Şekil 2.12.	c>a=b için manyetizasyon dönme a) tutarlı (coherent) dönme b) kıvrılma dönme c) tutarlı dönme için kordinat sistemi.....	18
Şekil 2.13.	Koherent dönme için a) 0° b) 30° c) 60° d) 90° de histerisiz eğrileri	21
Şekil 2.14.	Tek bir telin farklı manyetizasyon düzenlenişleri a) tek bir nanotelin tel eksenini boyunca doyum b) ve c) üç nanotelin doyum durumu	22
Şekil 2.15.	Ni ₇₃ Fe ₂₇ nanotelleri için manyetik histerisiz eğrileri. Alan nanotel eksenine dik () ve paralel () olarak uygulanmıştır.....	23
Şekil 2.16.	NiFe 'in farklı kompozisyonlar için histerisiz eğrileri	24
Şekil 2.17.	a) anodik alimüna içerisinde Fe ₂₆ Ni ₇₄ nanotellerin b) Cu taban üzerinde Fe ₂₆ Ni ₇₄ ince filmin X-ışını kırınım deseni	24
Şekil 2.18.	a) 1,5 µm uzunluğundaki Fe ₂₆ Ni ₂₄ nanotellerin b) 0,5 µm uzunluğundaki Fe ₂₆ Ni ₂₄ nanotellerin c) Fe ₂₆ Ni ₂₄ ince filminin histerisiz döngüsü	25
Şekil 2.19.	a) Ni nanoteller b) Ni ₈₀ Fe ₂₀ nanoteller için manyetik histerisiz eğrisi	26
Şekil 2.20.	NiFe/Cu çok katmanlı nanotellerin a) SEM b) TEM fotoğrafları	27

Şekil 2.21.	a) NiFe, b) (NiFe ₆₀ /Cu ₅₀) c) 70 nm çapında (NiFe ₇₀ /Cu ₁₀) nanotellerin normalize edilmiş manyetik histerisiz eğileri	28
Şekil 2.22.	Farklı boyutlardaki AAO içerisinde üretilen NiFe nanotellerin a) 100 nm çapında 10 µm uzunluğunda b) 100 nm çapında 20µm uzunluğunda c) 100 nm çapında 30 µm uzunluğunda d) 200 nm çapında 10µm uzunluğunda e) 200 nm çapında 20 µm uzunluğunda f) 200 nm çapında 30 µm uzunluğundaki SEM görüntüleri.....	29
Şekil 2.23.	100 nm çapında farklı uzunluktaki manyetik histerisiz eğileri....	30
Şekil 2.24.	30 µm uzunluğunda a) 100 nm b) 200 nm çapında nanoteller için manyetik histerisiz eğileri	30
Şekil 2.25.	Ni _{1-x} Fe _x nanotel dizilerin a) EDX spektrumunu b) ve c) sırasıyla 39 ve 36 nm çaplarındaki Ni ₈₀ Fe ₂₀ nanotellerin yan kesit görüntüleri.....	31
Şekil 2.26.	Alümina içerisine gömülü farklı kompozisyonlarda Ni _{1-x} Fe _x nanotel dizilerinin XRD ölçümleri	32
Şekil 2.27.	Oda sıcaklığında 5 µm uzunluğunda a) Ni ₈₅ Fe ₁₅ , b) Ni ₈₀ Fe ₂₀ , c) Ni ₇₅ Fe ₂₅ d) Ni ₆₈ Fe ₃₂ normalize edilmiş histerisiz eğileri.....	32
Şekil 2.28.	Ni ₈₀ Fe ₂₀ nanotel dizilerinin koersivite alan eksenini	33
Şekil 2.29.	20,50 ve 100 sn için NiFe nanotellerin akım-zaman eğileri.....	34
Şekil 2.30.	100 sn depolama sonucu oluşmuş NiFe nanotellerin SEM görüntüsü	34
Şekil 2.31.	a) 20 sn, b) 50 sn, c) 100 sn, depolama sürelerinde elde edilmiş NiFe nanotellerin M-H eğileri.....	35
Şekil 2.32.	a) Alümina taban üzerine termal oksidasyon tekniği ile sentezlenen ZnO nanotellerin sistematik gösterimi b) Üretilen sensör yapısının şematik gösterimi.....	36
Şekil 2.33.	Etanol algılama mekanizmasının şematik gösterimi.....	37
Şekil 2.34.	pH algılama sensörünün şematik gösterimi	38
Şekil 2.35.	İlaç keşfi ve tanımlanması için algılama mekanizması	39
Şekil 2.36.	DNA ve protein algılama mekanizması	40
Şekil 2.37.	Tek virüs tespiti için algılama mekanizması	41
Şekil 2.38.	Değişen bir manyetik alan ile ortaya çıkan indüksiyon akımı	47
Şekil 2.39.	Üzerinden bir I akımı geçen bir iletkenin indüksiyon akımının dağılımı	47
Şekil 2.40.	DC akım, düşük frekanslı ac akım ve yüksek frekanslı ac akımın iletkenin kesit alanı boyunca dağılımı	48

Şekil 3.1.	Üç elektrotlu bir hücrede potansiyel değişiminin sistematik gösterimi	50
Şekil 3.2.	Çift tabakanın yapısı.....	50
Şekil 3.3.	Taban üzerine elektrokristalleşme adımları	51
Şekil 3.4.	Elektrokimyasal sistem ve üç elektrotlu hücre	52
Şekil 3.5.	Emitech K550X marka kaplama cihazın resmi	54
Şekil 3.6.	Jenway 3520 pH metre.....	54
Şekil 3.7.	Remex marka polişleme cihazın resmi	55
Şekil 3.8.	Elektriksel kontakın şematik gösterimi.....	55
Şekil 3.9.	JEOL JSM-7001F SEM cihazının şematik gösterimi	56
Şekil 3.10.	a) TEM cihazının şematik gösterimi, b) JEOL JEM-2100F TEM cihazı.....	57
Şekil 3.11.	a) Laboratuvarımızda kullanılan AFM sistemi b) AFM ucuna lazerle kuvvet uygulanması	58
Şekil 3.12.	VSM sistemi	59
Şekil 3.13.	Manyetoempedans ölçüm sistemi	60
Şekil 4.1.	3 saat -2V' da üretilen NiFe nanotellerin akım- zaman grafiği	63
Şekil 4.2.	3 saat boyunca farklı potansiyellerde elektrokimyasal olarak üretilen NiFe nanotellerin akım- zaman grafiği.....	64
Şekil 4.3.	Al ₂ O ₃ nano gözenekli taban içerisinde bulunan nanotel düzenlerinin tabandan sökülmesi işleminin şematik gösterimi	65
Şekil 4.4.	AAO taban içerisindeki NiFe nanotel düzenlerinin 1M NaOH ile tamamen çözülmesi sonucunda elde edilen nanotellerin a) 3.000 b) 50.000 c) 100.000 d) 100.000 kat büyütmede ki SEM görüntüleri.	67
Şekil 4.5.	a) -1V, b) -1.5V, c) -2V potansiyel altında, Al ₂ O ₃ taban içinde elde edilmiş Ni _x Fe _y nanotellerin, EDX nokta analizi ve spektrumu.	69
Şekil 4.6.	Al ₂ O ₃ taban içerisinde bulunan nanotellerin a) polişlenmemiş b) 150 dakika c) 330 dakika polişleme işlemini sonucunda manipülasyon sisteminden elde edilen fotoğrafı d) 330 dakika polişlenen numunenin SEM e) 330 dakika saat poliş yapılan numunenin SEM' den elde edilen yan kesit fotoğrafı	70
Şekil 4.7.	MI ölçümü için nanotellere yapılan kontak ve network analizör probuna yerleşim şekli.....	71
Şekil 4.8.	a) -2V toplanma potansiyelinde üretilen nanotel düzenlerinin	60 72

	MHz ve 79 MHz değerlerindeki empedans eğrileri b) Sürücü frekansa göre maksimum empedans değişimi.....	
Şekil 4.9.	-1.5 V'da üretilen nanotel düzenleri için a) 15 MHz b) 500 MHz frekanslarda empedans eğrileri c) sürücü akım frekansının bir fonksiyonu olarak empedans değişimi.....	74
Şekil 4.10.	Ni ₇₉ Fe ₂₁ numunesinin MI empedans eğrileri.....	74
Şekil 4.11.	NiFe nanotel dizilerinin farklı yüksek frekanslardaki MI eğrileri a) 5 GHz b) 10 GHz.....	75
Şekil 4.12.	Farklı konsantrasyonlarda CoNiFe iyonları içeren çözeltide nanotellerin oluşum süresince gözlenen akım zaman eğrileri.....	77
Şekil 4.13.	CoNiFe nanotellerin farklı büyütmelelerdeki SEM fotoğrafları a) 1000 b) 3000 c) 20.000 d) 100.000 kat büyütme.....	79
Şekil 4.14.	a) Co ₇ Ni ₈₈ Fe ₅ , b) Co ₁₂ Ni ₆₄ Fe ₂₄ nanotellerin EDX analizi ve fotoğrafı	80
Şekil 4.15.	a) CoNiFe b) NiFe Nanotel dizilerinin M-H eğrisi.....	82
Şekil 4.16.	Farklı frekans değerleri için elde edilen MI eğrileri	83
Şekil 4.17.	CoNiFe nanotel dizilerinin empedanslarının çeşitli sürücü akım frekanslarına göre değişimi.....	83
Şekil 4.18.	CoNiFe nanotel dizilerinin farklı frekanslardaki MI eğrileri.....	84
Şekil 4.19.	a) Elektrokimyasal olarak AAO içerisinde oluşturulan manyetik nanotellerin yan kesit SEM fotoğrafı b) AAO'nun 1 M NaOH' da çözünmesiyle özgür kalan nanoteller c) Mekanik olarak polişlenmiş AAO' nun üstten görünüşü.	86
Şekil 4.20.	FIB ile yapılan nanokontağın üretim aşamaları.....	88
Şekil 4.21.	AAO içerisindeki nanotellerden sadece birine kontak yapmak işlemi.	89
Şekil 4.22.	Tek Ni ₈₀ Fe ₂₀ nanotelin farklı sürücü frekanslar için MI eğrileri.....	89
Şekil 4.23.	dakika polişlenen NiFe nanotellerinin a) Yüzey profilinden elde edilen çap ölçümü, b) Üç boyutlu AFM görüntüsü.	90

TABLolar DİZİNİ

Tablo 4.1. NiFe nanotellerin üretiminde kullanılan elektrokimyasal banyo içeriği.....	62
Tablo 4.2. NiFe nanotellerin üretilme şartları.....	63
Tablo 4.3. Ürettiğimiz NiFe nanotellerin telin baş orta ve son kısımları için EDX sonuçları.....	68
Tablo 4.4 CoNiFe nanotel üzenlerinin üretiminde kullanılan elektrokimyasal Banyo parametreleri.....	76

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

nm	nanometre
Ms	doyum manyetizasyon
Mr	kalıcı manyetizasyon
Hc	koersivite
Hs	doyum alanı
AAO	alümina
PC	polikarbonat
MI	manyetoempedans
GMI	devasa manyetoempedans
FM	ferromanyetik
M	manyetizasyon
H	manyetik alan şiddeti
TEM	geçirmeli elektron mikroskobu
SEM	taramalı elektron mikroskobu
VSM	titreşimli numune magnetometrisi
AFM	atomik kuvvet mikroskobu

1. GİRİŞ

Nanoteknoloji metrenin milyarda biri anlamına gelen ölçü birimidir. Yeni bir teknoloji dalı olan nanoteknoloji Latince ‘cüce’ anlamına gelen ‘nano’ kelimesinden gelmektedir. Nanoteknolojinin gelişimi ise ilk defa ünlü Amerikalı fizikçi Richard Feynman (1918-1988) tarafından ortaya atılmıştır. Feynman 1959 yılında bir konferansta “Aşağıda daha çok oda var” başlıklı konuşmasında ilk defa nano boyutlardaki dünyaya değinmiştir. Feynman’ın bu konuşmasında minyatür bilgisayarlar, küçük boyutlarda motorlar, 24 ciltlik Britannica ansiklopedisinin bir toplu iğne başına yazılabilmesi ve atomlara hükmetme, yeniden düzenleme gibi olanaklardan bahsetmesi dikkat çeken hususlardır [1]. Nano boyutta çalışmaların başlanmasıyla birlikte üretilen malzeme ve numunelerin morfolojileri belirlemek ve görüntülemek bir hayli zor olmuştur. 1981 yılında “Taramalı Tünelleme Mikroskobu” IBM tarafından geliştirilmiştir. Bu çalışmada katkısı olan araştırmacılar, bu buluşları ile 1986 yılında Nobel Fizik Ödülü’nü almışlardır [2]. Aynı zamanlarda STM mikroskobunun bir türevi olan “Atomik Kuvvet Mikroskobu” geliştirilmiştir. Feynman’ın bahsetmiş olduğu cihazların (SEM, AFM, vb.) 1980’lerde geliştirilmesi ve eş zamanlı olarak gelişen bilgisayar kapasiteleri ile nano boyutlarda ölçüm ve modelleme yapılması mümkün olmuştur [2]. 1990’ların başında Rice Üniversitesi’nde Richard Smalley ve arkadaşları 60 karbon atomunun simetrik biçimde sıralanmasıyla elde edilen futbol topu şeklindeki “fullerene” molekülleri geliştirilmiştir [2]. Bu molekül 1 nanometre büyüklüğünde ve çelikten daha güçlü, plastikten daha hafif, elektrik ve ısı geçirgen bir yapıya sahiptir. Bu araştırmacılar 1996 yılında Nobel Kimya Ödülü’nü almışlardır. 1992 yılında Erix Drexler, nanosistemler konulu kitabını yayımlamıştır [2]. 1993 yılında Iijima ve Bethune tek duvarlı karbon nanotüpleri keşfetmişlerdir. Ayrıca 1993 yılında ABD’deki Rice Üniversitesinde ilk “nanoteknoloji” laboratuvarı kurulmuştur [2]. 1997 yılında N. Seeman ilk defa DNA molekülünü kullanarak nanomekanik aygıt yapmıştır. 1997’de ilk defa nanotüp kullanılarak elektrik akımı ölçülmüştür [2]. 1999 yılında J.M. Tour ve M. Reed ilk defa tek organik molekül ile elektronik anahtar yapmayı başarmışlardır [2]. 1999 yılında ABD’de Bill Clinton, nanoteknoloji alanında yürütülen araştırma, geliştirme ve ticarileştirme faaliyetlerinin hızını artırma amacını

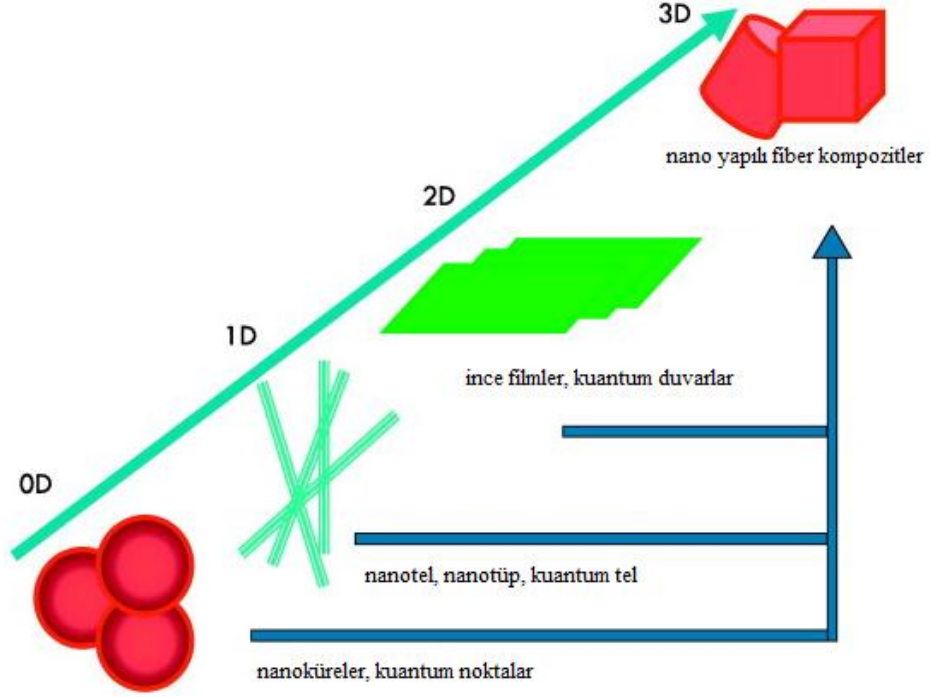
taşıyan ilk resmi hükümet programını, “Ulusal Nanoteknoloji” adını başlatmıştır. 2000 yılında ilk defa nanoteknoloji arařtırmaları için 422 milyon \$ kaynak ayrılmıřtır. 2001 yılında ilk defa nanotüplerden transistör ve mantık devreleri yapılmıřtır. 2002 yılında süperörgü nanoteller üretilmiřtir. 2005 yılında ise Rice Üniversitesi arařtırmacıları ilk defa dört tekerlekli nano araba modelini hareket ettirmiřtir [3].

Yapılan çalıřmalarda boyutlar nanometre ölçeklerine yaklařtıęında malzemenin fiziksel özelliklerinin kuantum mekanięinin kontrolüne girdięi görölmüřtür. Yarı iletken olan silisyumdan yapılan bir tel nanometre boyutlarında iletken özellik göstermektedir. Yine nano boyutlarda atomlar arası baę yapısı da deęiřmektedir, mekanik olarak malzeme güçlenirken ya da zayıflarken, elektronik olarak iletkenlik özellięi tümüyle deęiřebilmektedir.

Nanoyapıların elde edilmesinde iki temel yaklařım kullanılmaktadır bunlardan birincisi, “ařaęıdan yukarı” yaklařımı biyoloji kökenli olup, organik veya inorganik yapıları maddenin en temel birimi olan atomlardan bařlayarak atom atom, moleköl molekölün inřa edilmesi yöntemini ifade eder. İkinci yaklařım “yukarıdan ařaęı” yaklařımı olup, makineler, asitler ve benzeri mekanik ve kimyasal yöntemler kullanılarak nano yapıların fabrikasyonu ve üretilmesi yöntemlerini ifade eder [4-5].

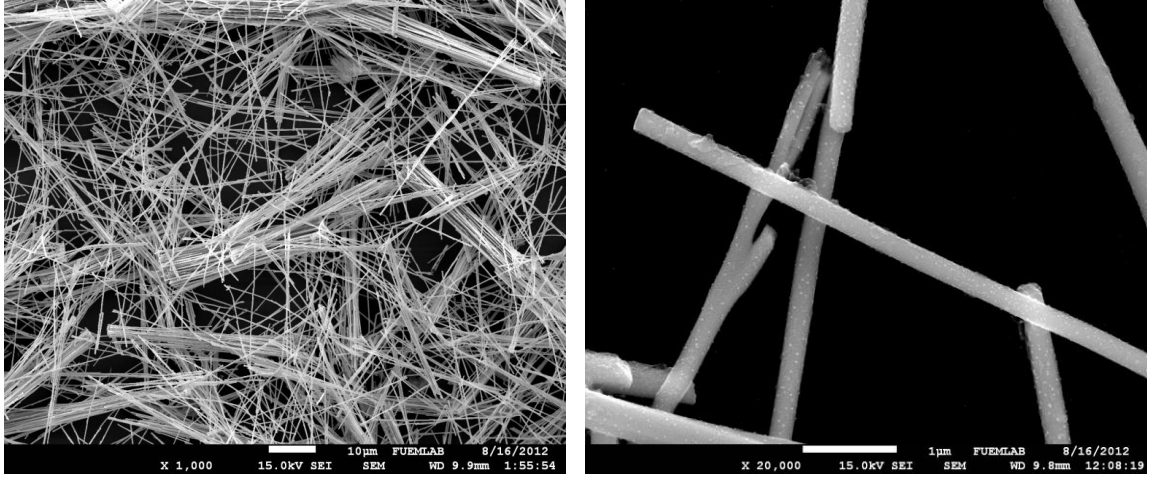
Malzemeler içyapılarına ve boyutlarına göre farklı řekillerde sınıflandırılmaktadırlar ve malzemenin nasıl bir yapıda olduęu boyutuna göre belirlenmektedir. Boyutlara göre malzemelerin birçok özellięi deęiřim göstermektedir. Malzemelerde boyut kavramı, malzemenin serbest elektronlarının hareket edebilme serbestlikleri ile belirlenen bir olgu olup malzemenin yapısındaki elektron akımı serbestlik derecesine göre belirlenir. Eęer serbest elektronlar eksensel olarak üç yönde de hareket edebiliyorlarsa malzeme 3D (üç boyutlu) yapı olarak adlandırılır. Serbest elektronlar sadece iki yönde hareket edebiliyorlarsa o zaman malzeme 2D (iki boyutlu) yapıya sahip malzemedir. Bütün katmanlı yapılar iki boyutlu malzemeler sınıfındadırlar. Katmanlı yapılarda bir kat, bir cins atomdan oluřurken, bařka bir kat da farklı bir atom cinsinden oluřur. Elektron serbestlikleri tek yönde olan malzemeler ise 1D (bir boyutlu) yapılar olarak adlandırılır. Nanoteller, nanotüpler ve kuantum telleri bu sınıflandırmada yer alır. Ayrıca bu yapılarla beraber, serbest elektronları bulunduęu halde, üç yönde de sınırlanmıř olan

bir yapıya sahip olduğu için hareket yetenekleri olmayan yapılar da vardır. Bu yapılara da 0D (sıfır boyutlu) yapılar denilmektedir. Nanotop, kuantum noktalar ise 0D yapılarıdır [6]. Şekil 1.1’de nanoyapıların boyut olarak sınıflandırılması verilmiştir.



Şekil 1.1 Nanoyapıların boyut olarak sınıflandırılması [7].

Genellikle aşağıdan yukarı yaklaşımla üretilen ve 10^{-9} m civarında çapa sahip olan nanoteller birçok özelliğinden dolayı gelişen teknolojinin zeminini oluşturmaktadır. Nanotellerin eşsiz özellik göstermeleri, yüksek yüzey hacim oranına sahip olmaları, nano boyutta cihaz üretimi, elektronik uygulamalar açısından oldukça önem taşımaktadır. Örnek olarak günümüzde tek bir nanotel ile p-n eklemi yapılmakta ve teller arasında kontak alabilmektedir [8-9]. Alan etkili transistörler (FET) nanotellerle yapılmakta ve oldukça hassas yüksek duyarlılıkta sensörler üretilmektedir. Şekil 1.2’de farklı düzenlenişe sahip nanoteller verilmiştir.



Şekil 1.2. Laboratuvarında ürettiğimiz farklı düzenlenişteki nanoteller.

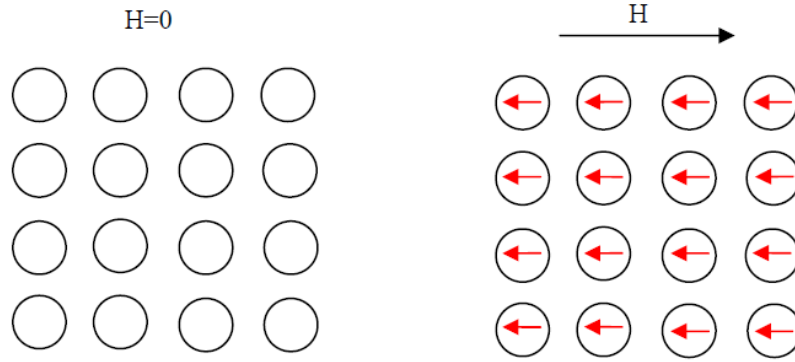
Biz bu tez çalışmasında temel olarak nanoboyutta tellerin üretimi ve manyetik özellikleri ile ilgileneceğiz. Nanoteller genellikle taban bazlı sentezleme yöntemiyle üretilir. Buhar fazlı nanotel sentezleme yöntemleri buhar-sıvı-katı (VLS), buhar-katı (VS) yöntemi, katı-sıvı-katı (SLS) yöntemlerini içerir. Taban bazlı nanotel sentezleme yöntemleri ise solvotermal, hidrotermal, polyol, kimyasal buhar depolama, fiziksel buhar depolama yöntemlerini ve bizimde nanotel üretme yönteminde kullandığımız düşük maliyetli olması, diğer tekniklerdeki gibi yan donanımlara (örneğin yüksek vakum ünitesi gibi aletlere) ihtiyaç duyulmaması ve uygun tabanlara istenilen yapının oluşturulması gibi avantajlara sahip olan elektrokimyasal yöntemi içerir [10].

Bu tezimizde NiFe, CoNiFe nanotelleri elektrokimyasal yöntemle elde edebilmektir. Ürettiğimiz manyetik nanotellerin manyetoempedans özelliklerini inceleyerek sensör üretimi gerçekleştirmektir. Daha önce bu alanda çalışma yapılmamış ve ilk olarak bizim tarafımızdan yapılmıştır.

2. MANYETİK ÖZELLİKLER

Tüm malzemeler, sahip oldukları atomik yapılarına ve sıcaklıklarına bağlı olarak manyetik özellik gösterirler. Manyetik özellikler, malzemenin yapısını oluşturan atomların elektronlarının çekirdek ve kendi eksenini etrafında dönme hareketi sonucu meydana gelen manyetik momentlerden kaynaklanmaktadır. Manyetik moment ise yüklü bir parçacığın bir "r" yarıçaplı dairesel yörüngede hareket etmesiyle oluşmaktadır. Malzemelerin manyetik davranışları diamanyetizma, paramanyetizma, ferromanyetizma, antiferromanyetizma ve ferrimanyetizma olmak üzere beş grupta incelenebilir. Bu düzenlenişler aşağıda kısaca bahsedilmiştir.

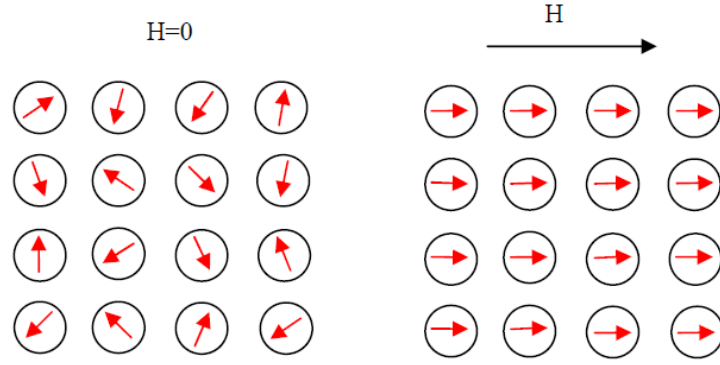
Atomları sürekli manyetik dipol momente sahip olmayan maddelere diamanyetik maddeler denir. Diamanyetik malzemelere bir manyetik alan uygulandığında, Lenz yasasına göre, malzeme içerisinde uygulanan alan zıt yönde indükleme akımı oluşur. Diamanyetik malzemede bulunan manyetik momentlerin, uygulanan manyetik alana göre yönelimi Şekil 2.1' de gösterilmektedir. Bir dış manyetik alan uygulandığında ise manyetik momentler, uygulanan alana zıt yönde zayıf manyetik dipol moment oluşturacak şekilde düzenlenirler.



Şekil 2.1. Diamanyetik malzemelerde bulunan manyetik dipol momentlerin uygulanan manyetik alana göre yönelimleri [11].

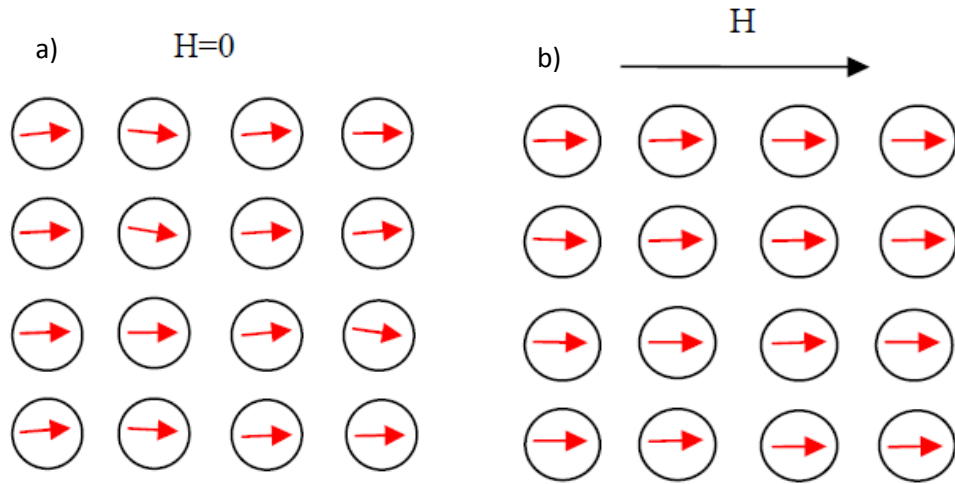
Paramanyetizmada manyetik momentler gelişmiş yönde sıralanmışlardır ve mıknatıslanma, vektörel olarak sıfırdır. Çünkü çok sayıda molekül üzerinden toplam alınmaktadır. Ancak malzemeye manyetik alan uygulandığında rasgele yönlere yönelmiş olan momentlerin yönelimi değişerek alanla aynı yönü almaya çalışırlar ve manyetik dipolün enerjisi azalır. Uygulanan manyetik alan kaldırılırsa

mıknatıslanma tekrar sıfır olur. Bu nitelikli malzemelere paramanyetik maddeler denir (Şekil 2.2).



Şekil 2.2. Paramanyetik malzemede bulunan manyetik dipol momentlerin uygulanan manyetik alana göre değişimi [11].

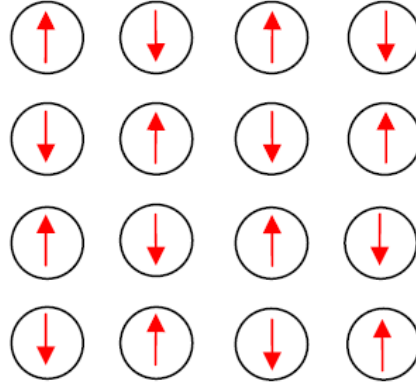
Ferromanyetik malzemede her bir atom, net bir manyetik dipol momente sahiptir. Manyetik dipol momentler arasındaki kuantum mekaniksel değiş-tokuş etkileşimleri, manyetik momentlerin paralel dizilimine neden olmaktadır (Şekil 2.3). Ferromanyetik malzemeye, dışarıdan bir manyetik alan uygulandığında manyetik momentler, alan doğrultusunda düzenlenirler ve toplam mıknatıslanmayı artırırlar (Şekil 2.3b). Manyetik momentler manyetik alan altında aynı hizaya getirildikten sonra, dış manyetik alan kaldırıldığında bile malzeme mıknatıslanma özelliğini korur.



Şekil 2.3. Ferromanyetik malzemede bulunan manyetik dipol momentlerin **a)** manyetik alan yokluğunda **b)** manyetik alan altında düzenlenişleri [11].

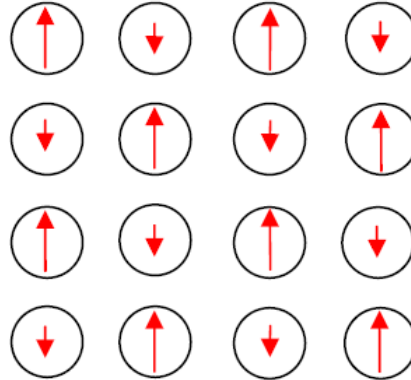
Ferromanyetik maddeler domeyn (bölge) denilen bölgelere ayrılmıştır. Bu bölgelerin her biri tam olarak kendiliğinden mıknatıslanmıştır. Yani bölgelerin her birindeki manyetik momentlerin tamamı belirli bir yöne dizilmişlerdir. Domeyndeki kendiliğinden mıknatıslanmayı oluşturan iç alanların kaynağı manyetik etkileşimler değildir. Bu kuvvetlerin kaynağı değiş-tokuş denilen bir etkileşimdir. Bu etkileşim 1926 yılında Heisengerg tarafından keşfedilmiştir. Bu kuantum mekaniksel bir sonuçtur. Bu etkileşim hareket durumlarına bağlı olarak iki komşu elektronun spinlerinin paralel veya antiparalel yönelmesine neden olur. Spinler antiparalel ise, tüm bu kuvvetlerin toplamı çekicidir ve yapı kararlıdır. Spinler paralel ise, atomlar birbirini iter. Değiş-tokuş etkileşimi olarak tanımlayacağımız bu etkileşim Pauli dışarlama etkisini de içermektedir. Bu değiş tokuş etkileşimi elektrostatik kaynaklı olup manyetik kuvvetlerden çok büyüktür [12]. Ferromanyetik malzemelerin manyetik momentleri, sıcaklık etkilerine rağmen dış manyetik alan altında düzenlenirler. Eğer ferromanyetik malzemenin sıcaklığı, Curie sıcaklığı adı verilen değerden daha büyük bir değerdeyse, bu düzenleniş bozulur ve malzeme ferromanyetik durumdan paramanyetik duruma geçer [13].

Manyetik maddelerde gözlenen diğer bir manyetizma türüde antiferromanyetizmadır. Ferromanyetlerde spin yönelimleri aynı yönde iken antiferromanyetlerde birbirine zıt olacak şekilde spin yönelimleri vardır (Şekil 2.4). Antiferromanyetizma kuramı ilk kez Neel tarafından önerilmiştir. Antiferromanyetik bir maddenin manyetik duygunluğu, tüm sıcaklıklarda pozitif ve küçüktür. Fakat sıcaklık azaldıkça duygunluk önce artar ve $T=T_N$ Neel sıcaklığında pek keskin olmayan bir maksimumdan geçerek azalmaya başlar. Madde Neel sıcaklığının üstünde paramanyetik, altında antiferromanyetikdir [14].



Şekil 2.4. Antiferromanyetik malzemede bulunan manyetik momentlerin düzenlenimi [11].

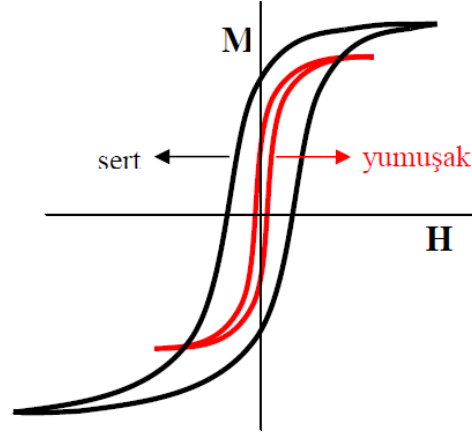
Ferrimanyetik malzemeler ise, zıt yönde, farklı büyüklükte ve anti paralel manyetik momentlere sahiptirler (Şekil 2.5). Bileşke manyetik moment ise, zıt yöndeki manyetik momentlerin farkına eşittir. Manyetik alan etkisinde, ferromagnetlere benzer davranış gösterirler. Ferrimanyetik malzemeler, ferromanyetizmada olduğu gibi Curie sıcaklığının üzerinde paramanyetik davranış göstermektedirler



Şekil 2.5. Ferrimanyetik malzemede bulunan manyetik momentlerin düzenlenişi [11].

Koersivite ise maddenin manyetizasyonunu sıfırlamak için uygulanması gereken dış manyetik alanın büyüklüğüdür. Koersivite değeri 0-100 Oe değerinde olan malzemeler yumuşak mıknatıslık özelliklerine sahip malzeme olarak bilinmektedir, büyük olan malzemelere ise sert manyetik malzeme olarak bilinir.

Yumuşak mıknatıslık özelliklerine sahip malzemeler, motorlar, manyetik sensörler, transformatörler, manyetik okuma-yazma kafaları, manyetik depolama cihazları gibi elektromanyetik cihazların tasarımı gibi birçok alanda ilgi uyandırmışlardır [15]. Özellikle Fe ve Co bazlı manyetik malzemeler, mikro-elektromekanik sistemler ve manyetik kayıt ve okuma kafalarında, veri depolama ortamları gibi manyetik cihazların tasarımında geniş bir şekilde kullanılmaktadır. Yüksek kapasiteli ve yüksek hızlı tasarlanan bilgisayarlarda manyetik ince film kafalar, kullanılan hard disklerin en önemli bileşenlerindedir. Yüksek manyetik doyum noktasına ve düşük koersivitede yumuşak mıknatıslık özelliklerine sahip manyetik okuma-yazma kafalarının geliştirilmesi, yeni nesil yüksek kapasiteli kayıt cihazlarının tasarımı için zorunlu adımlardan biri haline gelmiştir. Son yıllarda birçok bilim adamı, her geçen gün kapasitesi artan manyetik kayıt cihazları için yumuşak mıknatıslık özelliklerine sahip malzemeler geliştirmeye çalışmaktadır [15-17].

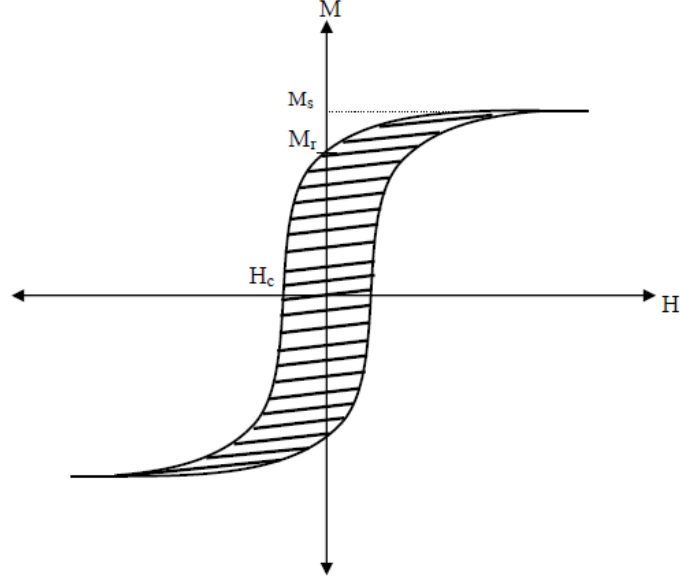


Şekil 2.6. Sert ve yumuşak manyetik malzemelerin histerisiz çevrimleri [18].

2.1. Manyetik Histerisiz Eğrisi

Nanoyapıdaki manyetik malzemelerin davranışı manyetik histerisiz eğrisi kullanılarak belirlenebilir. Histerisiz eğrisi manyetik malzeme dış alana maruz bırakıldığı zaman manyetik özelliklerini anlamamızı sağlar. Elde edilen histerisiz çevrimi malzemeye, numunenin boyuta, şekline ve uygulanan manyetik alanın yönelimine bağlıdır. Nanoparçacık disizi için histerisiz eğrisi bireysel parçacıklar

arasındaki etkileşimlere bağlıdır. Tipik manyetizasyon histerisiz eğrisi Şekil 2.7' de verilmiştir.



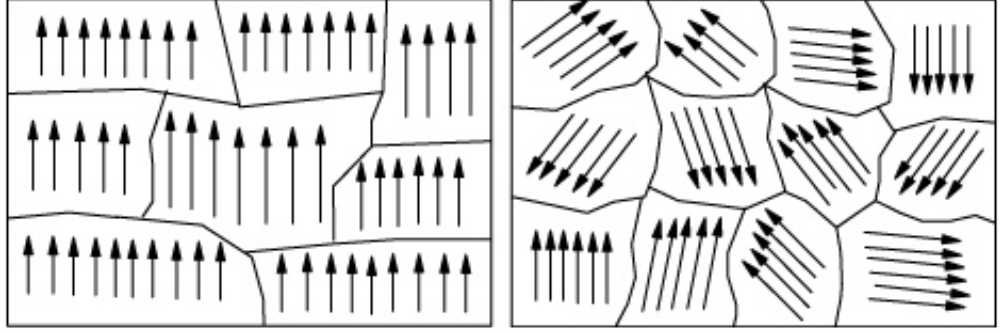
Şekil 2.7. Manyetizasyon histerisiz eğrisi [19].

Histerisiz eğrisi birkaç parametre ile tanımlanabilir bunlar; doyum manyetizasyonu M_s , kalıcı manyetizasyon M_r , koersivite H_c , doyum alanı H_s 'dir. Manyetizasyonu sıfır yapmak için gerekli olan alan değerine koersivite alanı denir. Doyum alanı M_s doyum manyetizasyonuna ulaşmak için gerekli olan alan olarak isimlendirilir ve M_s malzemedeki bütün manyetik momentler aynı yönde iken elde edilen değerdir. Kalıcı manyetizasyon M_r ise, $H=0$ dış manyetik alan sıfır olduğu durumdaki manyetizasyon değeridir. Nanotel dizisi gibi nanoyapılar için koersivite, doyum manyetizasyonu ve kalıcı manyetizasyon önemli ölçüde uygulanan manyetik alanın yönüne, aynı zamanda da örneğin boyutuna ve şekline bağlıdır. Manyetik sistemlerin davranışı manyetik serbest enerji ile açıklanabilir. Genel olarak manyetik sistemlerin davranışını gözlemlemek için enerji terimlerinin nasıl ve ne rol oynadığını bilmek oldukça önemlidir.

2.1.1. Manyetik Domeyn

Kristal yapıda manyetizasyonun tek yönlü olduğu bölgelere manyetik domeyn ismi verilir (Şekil 2.8). Ferromanyetik bir malzeme, aynı yöne yönelmiş manyetik momentlerin oluşturduğu domeyn olarak isimlendirilen alt bölgelerden

oluşur. Böylece kendi içinde domeynlere ayrılan manyetik malzeme, enerjisini minimum yapmış olur. Malzeme içinde iki domeyn birbirinden domeyn duvarı ile ayrılır. Bir bölgeden diğerine doğru geçerken manyetik momentlerin doğrultusu yavaş yavaş değişir. Bu geçiş bölgesi domeyn duvarlarının kalınlığını belirler [20].



Şekil 2.8. Manyetik domeynlerin gösterimi [20].

Domeyn çok fazla sayıda molekül taşıyorsa, kararsız hale gelir ve birbirine zıt yönetime sahip iki domeyne ayrılarak daha kararlı bir hale geçer. Mıknatıslanmış bir ferromanyetik maddenin sıcaklığı Curie sıcaklığının üzerine çıkarılırsa, manyetik domainler düzenini kaybederek maddenin manyetik özelliklerin azalmasına yol açar. Madde soğutulduğunda ise domeyn yapısı önceki haline geri döner.

2.1.2. Manyetokristal Anizotropi

Manyetik malzemenin kristal yapısındaki yönetime bağlı anizotropi enerjisine manyetokristal anizotropi denir. Bazı manyetik numunelere uygulanan manyetik alanın yönü önemlidir. Bu numunelerde, kristalin bir doğrultusunda manyetik alan uygulandığında manyetik momentler alan doğrultusunda hemen düzenlenirler. Manyetik momentlerin hemen düzenlendiği bu kristal eksenine kolay eksen denir. Kristale başka bir doğrultuda manyetik alan uygulandığında ise, manyetik momentler daha zor düzenlenmektedirler. Düzenlenişin daha geç ve zor olduğu bu eksene zor eksen denir. Aynı zamanda manyetik kristallerdeki manyetik momentlerin yapısı örgü simetrisinin yansımasıdır. Kristal simetrisi manyetik momentlerin kendi aralarında etkileşmelerinden etkilenmektedir ve anizotropi enerjisinin artmasına sebep olmaktadır. Bütün bu katkıların toplamı manyetokristal enerji olarak bilinmektedir ve Eş. 1' deki gibi ifade edilir [21].

$$W_K = K_0 + K_1 \sin^2 \theta + K_2 \sin^4 \theta + \dots, \quad (1)$$

Burada K_n katsayılar olup $n=1,2,\dots$ anizotropi sabitleri olarak adlandırılır. K_2 terimi genelde nano boyutta malzemeler için çok küçük olduğundan ihmal edilebilir. İlk terim K_0 ' da bir sabit olup buda göz ardı edilebilir. Bu yüzden eşitlik durumundaki manyetizasyon vektörünün küçük sapmaları için, anizotropi yoğunluğu Eş 1'deki ikinci terim kullanılarak Eş. 2'deki gibi yaklaşık olarak hesaplanabilir.

$$W_K \cong K_1 \theta^2 \cong 2K_1 - 2K_1 \cos \theta = 2K_1 - \mathbf{M} \cdot \mathbf{H}_K \quad (2)$$

Eş. 2'den $H_K=2K_1/M_s$ anizotropi alanını sembolize eder ve M_s manyetizasyon vektörünün büyüklüğüdür. Kübik kristal durumunda anizotropi enerjisi manyetizasyon vektörünün cosinüs $(\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3)$ yönelimleri ile küpün üç kenarı bakımından Eş. 3'deki gibi ifade edilebilir.

$$W_K = K_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \quad (3)$$

2.1.3. Manyetostriksiyon Ve Stres Anizotropi

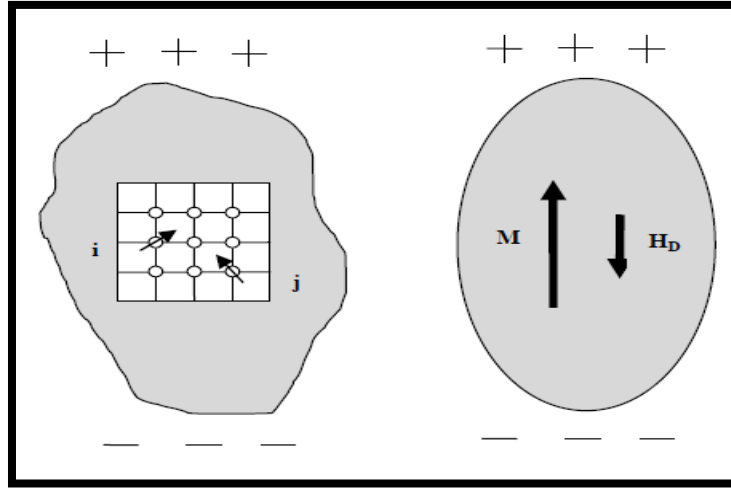
Manyetoelastik etki olarak da bilinen manyetostriksiyon, uygulanan dış manyetik alana maddenin verdiği elastik bir cevaptır. Manyetizasyon boyunca ferromanyetik malzemenin şeklinde ve boyutunda meydana gelebilecek değişiklik de denebilir. Aynı zamanda manyetizasyon işlemi sırasında manyetik numunenin şeklini ve hacminde değişim olarakta bilinir. Eş yönlü manyetostriksiyon için manyetoelastik enerji yoğunluğu Eş 4' deki gibi verilir.

$$W_\sigma = \frac{3}{2} \lambda_s \sigma \sin^2 \theta_s, \quad (4)$$

Burada θ_s stresin yönü ve manyetizasyon arasındaki açıyı, λ_s uygun manyetostriksiyon sabitini, σ belirli bir yön boyunca uygulanan tek eksenli ifade etmektedir [21].

2.1.4. Şekil Anizotropi

Manyetik bir malzemenin yüzeyinde manyetik yükler veya kutuplar oluşmaktadır (Şekil 2.9). Yüzeydeki bu yük dağılımlarının kendisi bir manyetik alan kaynağıdır ve demanyetizasyon alanı (H_D) olarak adlandırılır. Bu adlandırma, oluşan mıknatıslanmaya zıt yönde olmasından dolayıdır. Örnek olarak, küresel olmayan bir parçacıkta mıknatıslanma uzun eksen boyunca yönelmişse, kolay eksen uzun eksen boyuncadır. Küresel bir parçacık, şekil anizotropisine sahip değildir [21-22].



Şekil 2.9. Eliptik bir parçacığın anizotropisine manyetostatik katkı **a)** atomik görüntü, **b)** mikroskopik görüntü [11].

Küresel nesnelere için manyetizasyon uygulanan alanın yönünden bağımsızdır, fakat küresel olmayan nesnelere için kısa eksenden ziyade uzun eksen boyunca manyetize etmek daha kolaydır. Çubuk şeklindeki bir nesnede mıknatıslanma kuzey kutupta başlar güney kutupta sona erer, alan çizgisi ise kuzey kutuptan güney kutuba doğrudur. Malzeme içerisinde alan çizgileri ise güney kutbundan kuzey kutbuna doğrudur ve malzemenin mıknatıslanmasına karşıdır. Sonuç olarak malzeme içerisindeki manyetik alan malzemeyi demanyetize etme eğilimindedir. Bu alan demanyetize alan H_D olarak bilinir ve manyetizasyona M , ters yönde hareket eder. Manyetizasyon ve demanyetize arasındaki ilişki Eş. 5'deki gibidir.

$$H_D = -N_D M \quad (5)$$

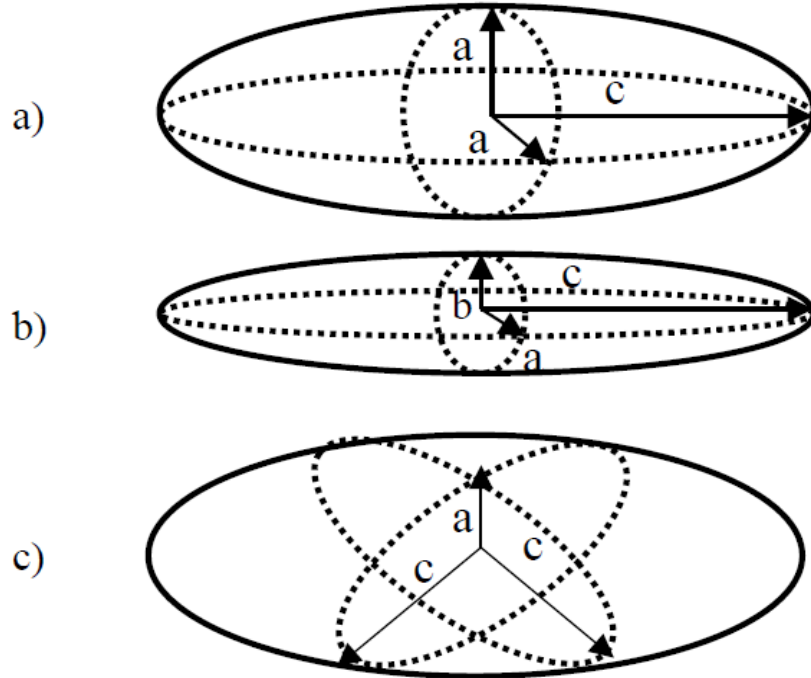
N_D demanyetizasyon faktör olup cismin şekline bağlıdır. Demanyetizasyon faktörü yalnızca elipsoit için tam anlamıyla hesaplanmıştır. Elipsoit için mıknatıslanmanın her yerde aynı olduğu düşünülmektedir [11]. Manyetostatik enerji W_D , manyetizasyon vektörünün yönelimine bağlı olup Eş. 6'daki gibi yazılabilir.

$$W_D = \frac{1}{2} (N_a M_x^2 + N_b M_y^2 + N_c M_z^2). \quad (6)$$

N_a , N_b , N_c üç temel eksenin demanyetizasyon faktörleridir. Bunlar arasındaki ilişki ise Eş. 7'de verilmiştir.

$$N_a + N_b + N_c = 4\pi \quad (7)$$

Şekil 2.10'da nanotellerin teorik gösterimlerinde kullanmak için üç elipsoit modeli sunulmuştur.



Şekil 2.10 a) $c > a=b$ durumu (uzamış yuvarlağımsı) b) $c \gg a > b$ durumu (ince elipsoid) c) $c=b > a$ (kutupları basık küre) [21-23].

c>a=b Durumu

Şekil 2.10'a da dairesel enine kesitli tek bileşenli bir nanotel için yaklaşım gösterilmiştir. Nanotelin en boy oranı $m=l/d$ ile belirlenir. Burada l nanotelin uzunluğu, d ise nanotelin çapıdır. Demanyetizasyon faktörleri Eş. 8 ve 9'da verilmiştir [21-23].

$$N_a = N_b = 4\pi \frac{m}{2(m^2 - 1)} \left[m - \frac{1}{2(m^2 - 1)^{1/2}} \ln \left(\frac{m + (m^2 - 1)^{1/2}}{m - (m^2 - 1)^{1/2}} \right) \right] \quad (8)$$

$$N_c = 4\pi \frac{1}{2(m^2 - 1)} \left[\frac{m}{2(m^2 - 1)^{1/2}} \ln \left(\frac{m + (m^2 - 1)^{1/2}}{m - (m^2 - 1)^{1/2}} \right) - 1 \right] \quad (9)$$

c>>a>b Durumu

Şekil 2.10'b deki elipsoid, dairesel olmayan kesite sahip nanoteller için oldukça iyi bir yaklaşımdır. Demanyetizasyon faktörü Eş. 12' de verildiği gibidir [21-23].

$$N_a = 4\pi \frac{m^2}{m^2 - 1} \left[1 - \frac{1}{(m^2 - 1)^{1/2}} \arcsin \left(\frac{(m^2 - 1)^{1/2}}{m} \right) \right] \quad (10)$$

$$N_b = N_c = 4\pi \frac{1}{2(m^2 - 1)} \left[\frac{m^2}{(m^2 - 1)^{1/2}} \arcsin \left(\frac{(m^2 - 1)^{1/2}}{m} \right) - 1 \right]. \quad (11)$$

$$N_c = 4\pi \frac{ab}{c^2} \left[\ln \left(\frac{4c}{a+b} \right) - 1 \right]. \quad (12)$$

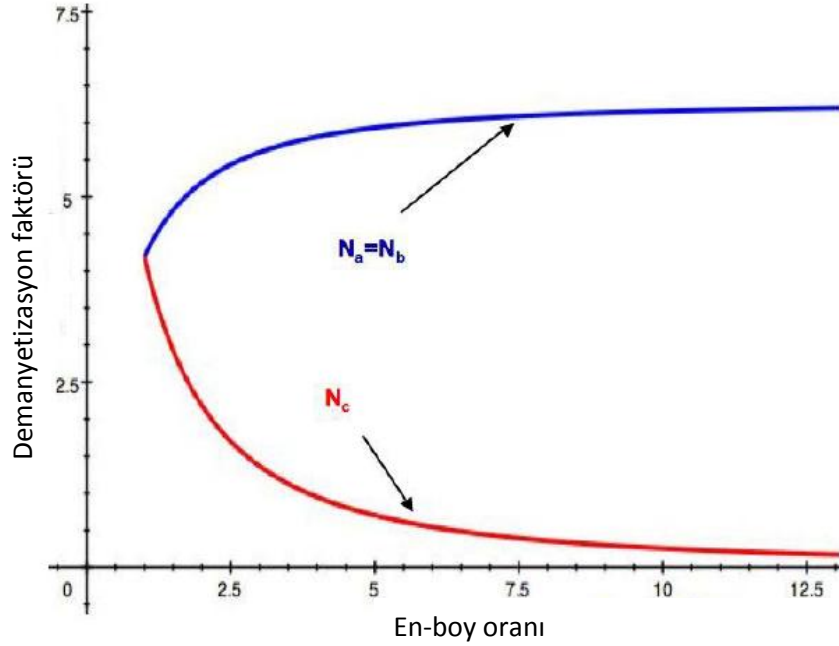
c=b>a Durumu

Şekil 2.10 c'deki bu elipsoid çok katmanlı nanotellerde, disk şeklindeki manyetik katmanları için oldukça iyi bir yaklaşımdır. Demanyetizasyon vektörü Eş. 14'de verildiği gibidir.

$$N_a = 4\pi \frac{b}{a+b} - \frac{1}{2} \frac{ab}{c^2} \ln\left(\frac{4c}{a+b}\right) + \frac{ab(3a+b)}{4c^2(a+b)}, \quad (13)$$

$$N_c = 4\pi \frac{a}{a+b} - \frac{1}{2} \frac{ab}{c^2} \ln\left(\frac{4c}{a+b}\right) + \frac{ab(a+3b)}{4c^2(a+b)}, \quad (14)$$

Şekil 2.11'de c>b=a durumu için demanyetizasyon faktörü ile en-boy oranına bağıllık gösterilmektedir. En boy oranı oldukça büyükse nanotel sonsuz uzunlukta bir silindir olarak düşünülebilir, m>10 değeri için bu yaklaşım kullanılabilir [21-23].



Şekil 2.11. Demanyetizasyon faktörünün en boy fonksiyonuna göre değişimi [21].

2.1.5. Zeeman Enerji

Zeeman enerji uygulanan dış alan ile manyetizasyon vektörü arasındaki etkileşme enerjisi olarak tanımlanır ve Eş. 15'deki gibi verilir [21].

$$W_H = -\mathbf{M} \cdot \mathbf{H} \quad (15)$$

2.1.6. Değiş-Tokuş Enerjisi

Exchange etkileşim fikri ilk kez 1928 yılında Heisenberg tarafından tanıtılmıştır. Ferromanyetik malzemelerde oldukça geniş moleküler alan hareketlerinin kaynağını yorumlamak için ortaya çıkmıştır ve bu etkileşimin nedeni kuantum mekaniksel etkidir. Exchange enerjisi Eş. 16'deki gibi verilebilir.

$$W_E = -2 \sum_{ij} J_{ij} \mathbf{S}_i \mathbf{S}_j \quad (16)$$

Burada S_i ve S_j komşu spinleri temsil ederken, J_{ij} terimi klasik fizikte karşılık gelen bir tanımı olmayıp exchange integrali olarak bilinir. $J_{ij} > 0$ ise spinler birbirine paralel hale gelir bu olgu ferromanyetizma olarak tanımlanır. $J_{ij} < 0$ spinler antiparalel hale gelir bu olguda antiferromanyetizma olarak bilinir [11].

2.1.7. STONER-WOHLFARTH MODELİ

Manyetik sistemlerde manyetizasyon kavramını anlamak için geliştirilen bir modeldir. 1947'de Stoner-Wohlfarth tarafından yapılan çalışmada, ferromanyetik bir numune için ideal tek parçacıklar tanımlanmıştır. Bu parçacıkların sadece kolay eksen anizotropisine sahip olduğu ve manyetize olurken homojen manyetizasyon yönelimleri dikkate alınmıştır. Çevre ısı etkisi ve parçacıklar arasındaki etkileşmeler ihmal edilmiştir. Modelin en temel yaklaşımı tek parçacıklı sistemleri ele almış ve bir parçacığın elipsoit geometrisine sahip olduğu varsayılmıştır. Nanotellerde koersivitenin açığa bağımlılığı manyetik dönüş kavramı içerisinde verilmektedir. Koersivite ve manyetik dönme her iki kavramda önemli ölçüde uygulanan alanın yönüne bağlı parametrelerdir. Nanoboyutta manyetik malzemelerin manyetik dönmesi (magnetic reversal) için çeşitli mekanizmalar sorumludur. Bunlar; koherent dönme, manyetizasyon kıvrılması, manyetizasyon burulması, ya da domain duvar

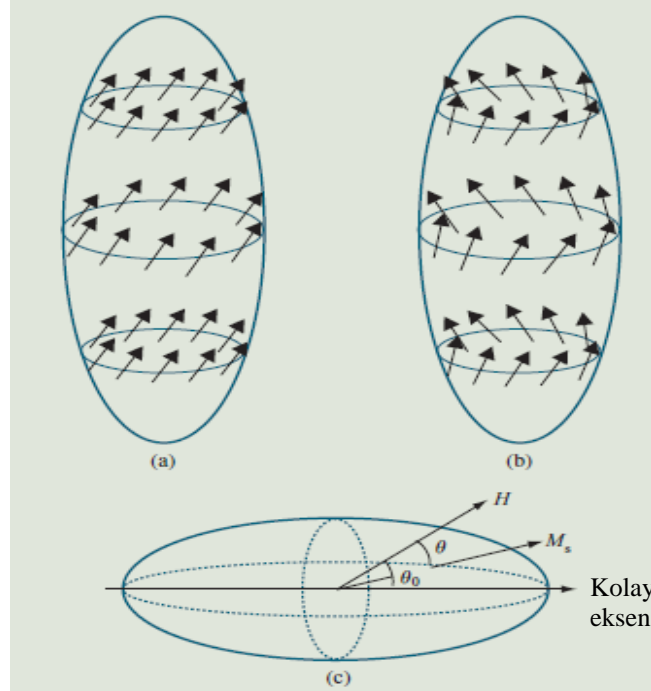
hareketidir. Kritik boyuttan daha büyük bir boyuta sahip manyetik ortam için r_{sd} , spin dönmesi ve domain duvar hareketi ile manyetizasyon dönme meydana gelir. Manyetik ortam r_{sd} den daha küçük ise o zaman tek bir domain olduğu düşünülür ve bu durum için sadece iki mod önemlidir bunlar; koherent dönme (tutarlı dönme) ve kıvrılma moddur [23]. $c>a=b$ durumu için kritik yarıçap r_{sd} , tek domainli parçacıklar için Eş. 17' de verildiği gibidir

$$r_{sd} = \sqrt{\frac{6A}{N_c M_s^2} \left[\ln \left(\frac{2r_{sd}}{a_1} - 1 \right) \right]} \quad (17)$$

A değiş tokuş uzunluğu (erg/cm), N_c ana eksen boyunca demagnetization faktörü, M_s doyum manyetizasyonu (emu/cm^3), ve a_1 yakın komşu aralığıdır.

2.1.7.1. Koherent Dönme

Bu modelde tüm manyetik momentler paralel hizalanmışlardır ve reversal işlemi sırasında kolay eksenden uzaklaşarak dönme gerçekleştirirler. Böylece sistemdeki Exchange enerjisi minimize edilmiş olur. Koherent dönme ve kıvrılma Şekil 2.12'de verildiği gibidir [23].



Şekil 2.12. $c>a=b$ için manyetizasyon dönme **a)** tutarlı (coherent) dönme **b)** kıvrılma dönme **c)** tutarlı dönme için kordinat sistemi [23].

Stoner–Wohlfarth (SW) koherent dönme modelinde toplam enerji dış alandan dolayı Zeeman enerjisi ve manyetoelastik (demanyetizasyon) enerjisinin toplamlarından oluşmaktadır.

(18)

$$E = E_D + E_H$$

Burada E_D manyetoelastik enerji ve E_H manyetoelastik enerjidir. Tutarlı bir dönme analizi için kullanılan koordinat sistemi, Şekil 12c' de gösterilmiştir. $c > a = b$ için manyetostatik enerji Eş. 19' da ki gibi verilir.

$$E_D = K_u \sin^2(\theta - \theta_0), \quad (19)$$

θ_0 dış manyetik alanla, manyetizasyon kolay eksenleri arasındaki açıdır. θ manyetizasyon ve uygulanan alan arasındaki açıdır. K_u tek eksenli şekil anizotropi sabitidir. Eş 18'de E_H yerine $E_H = -H \cdot M_s$ yazılarak toplam manyetik enerji Eş 20'de verildiği gibidir.

$$E = K_u \sin^2(\theta - \theta_0) - \mathbf{H} \cdot \mathbf{M}_s. \quad (20)$$

Alan eksenleri boyunca manyetizasyon bileşenleri $M = M_s \cos\theta$ olduğundan aşağıda ki hali alır.

$$E = K_u \sin^2(\theta - \theta_0) - HM_s \cos\theta. \quad (21)$$

Toplam enerjinin minimize olduğu kabul edilirse ($dE/d\theta = 0$)

$$2K_u \sin(\theta - \theta_0) \cos(\theta - \theta_0) + HM_s \sin\theta = 0. \quad (22)$$

Elde edilir. Bu ifade $h = H/(2K_u/M_s)$ kullanılması ile

$$\sin(\theta - \theta_0) \cos(\theta - \theta_0) = -h \sin\theta. \quad (23)$$

indirgenir. Yine $2\sin\alpha\cos\alpha = \sin 2\alpha$ trigonometrik ifadesinin kullanılmasıyla

$$\sin [2(\theta - \theta_0)] = -2h \sin \theta. \quad (24)$$

ifadesi elde edilir. Bu ifade $\sin 2(\theta - \theta_0) = \sin 2\theta \cos 2\theta_0 - \cos 2\theta \sin 2\theta_0$ kullanılması ile

$$\sin 2\theta \cos 2\theta_0 - \cos 2\theta \sin 2\theta_0 = -2h \sin \theta. \quad (25)$$

şeklini alır. Yine trigonometrik özdeşlikler kullanılması ile

$$\begin{aligned} 2 \cos \theta (1 - \cos^2 \theta)^{1/2} \cos 2\theta_0 + (1 - 2 \cos^2 \theta) \sin 2\theta_0 \\ = -2h \sin \theta. \end{aligned} \quad (26)$$

bulunur. İndirgenmiş manyetizasyon $m = M/M_s$ ve $M = M_s \cos \theta$ eşitliklerinden $m = \cos \theta$ elde edilir ve Eş. 26'da yerine yazılarak Eş. 27 elde edilir.

$$\begin{aligned} 2m(1 - m^2)^{1/2} \cos 2\theta_0 + (1 - 2m^2) \sin 2\theta_0 \\ = \pm 2h(1 - m^2)^{1/2}. \end{aligned} \quad (27)$$

bulur. Burada

$$\frac{\partial h}{\partial m} = 0 \quad \text{and} \quad \frac{\partial^2 E}{\partial \theta^2} > 0 \quad (28)$$

ise, bu eşitlikleri kullanarak koersivite Eş. 29'daki gibi yazılabilir.

$$h_s = (\cos^{2/3} \theta_0 + \sin^{2/3} \theta_0)^{-3/2}, \quad (29)$$

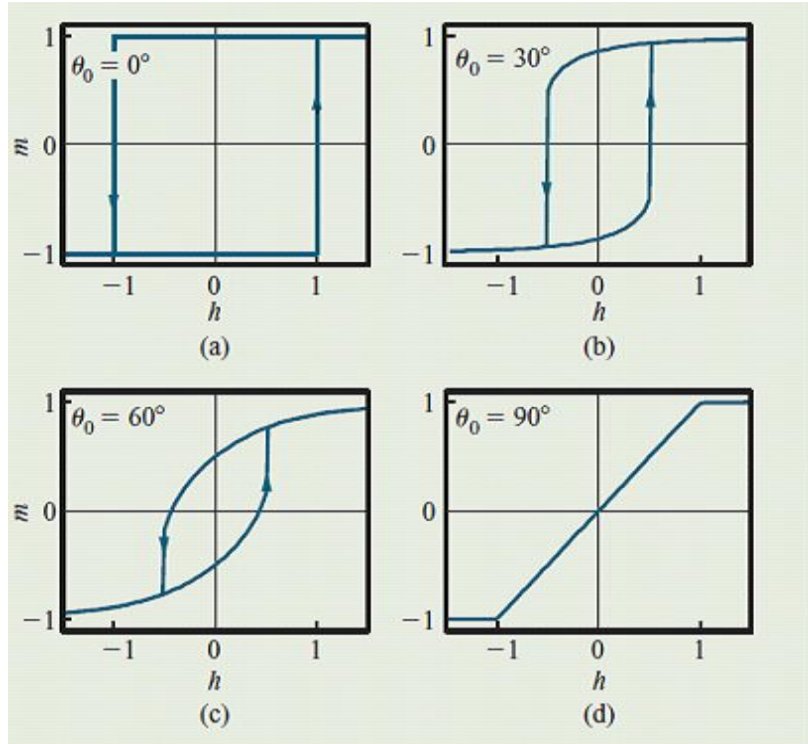
Burada $h_s = H_s / (2K_u / M_s)$ olarak verilmiştir. Açığına bağlı fonksiyon aşağıdaki gibi elde edilir.

$$\tan^3 (\theta_0 - \theta_s) = -\tan \theta_0 \quad (30)$$

Şekil 2.13'de koherent dönme modeli belirli açılar için uygulanmıştır. Uygulanan manyetik alan kolay eksene yakın olduğunda $0 < \theta_0 < 45$, histerisiz döngüsü nispeten kare şeklindedir. Bu durumda $H_c = H_s$ ' e eşittir ve Eş. 34'den belirlenebilir.

$45 < \theta_0 < 90$ için uygulana alan manyetizasyonun zor eksenine daha yakındır. Histerisiz döngüsü keskindir. Bu durumda $H_c = H_s$ ve koersivite alanı Eş. 27'de $m=0$ konularak Eş. 31 elde edilir.

$$h_c = \sin \theta_0 \cos \theta_0, \quad (31)$$



Şekil 2.13. Koherent dönme için a) 0° b) 30° c) 60° d) 90° de histerisiz eğrileri [23].

2.1.7.2. Kıvrılma Modu

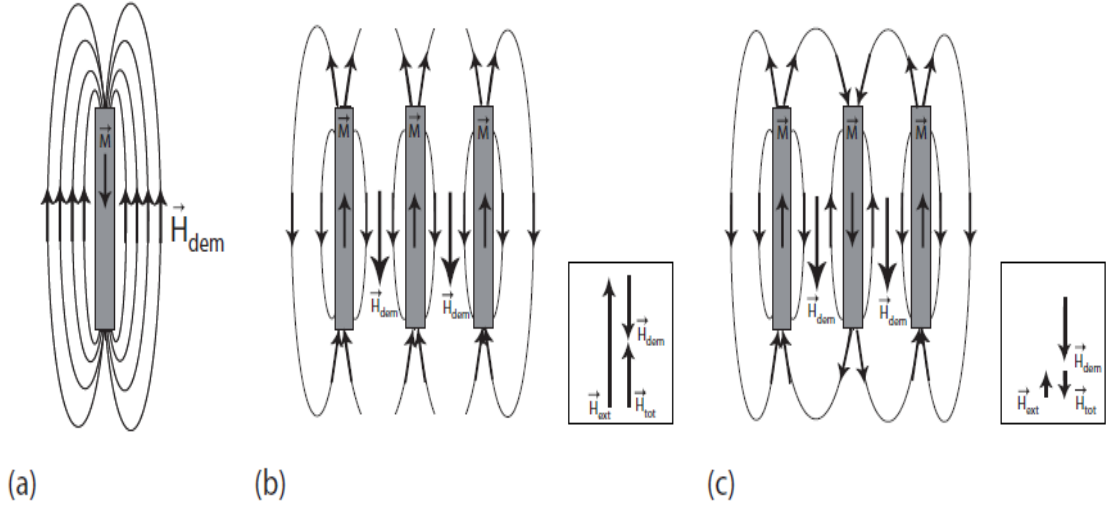
Bu durumda komşular arası manyetik momentler paralel olarak hizalanmamıştır. Bundan dolayı sistemin enerjisi de artmıştır. Koersivite değeri Eş. 36' da verildiği gibidir.

$$h_c(\theta) = \frac{\left(2N_c - \frac{k}{S^2}\right)\left(2N_a - \frac{k}{S^2}\right)}{\sqrt{\left(2N_c - \frac{k}{S^2}\right)^2 \sin^2 \theta + \left(2N_a - \frac{k}{S^2}\right)^2 \cos^2 \theta}}, \quad (32)$$

Burada N_c ve N_a demmanyetizasyon faktörü S indirgenmiş yarıçaptır.

2.2. NANOTELLERDE MANYETİK DÜZENLENİŞ VE TERSİNİRLİK

Ferromanyetik nanoteller şekil anizotropiden dolayı manyetizasyonun tel eksenini boyunca yönelmesini tercih eder. Farklı manyetizasyon düzenlenişleri Şekil 2.14’de verilmiştir.

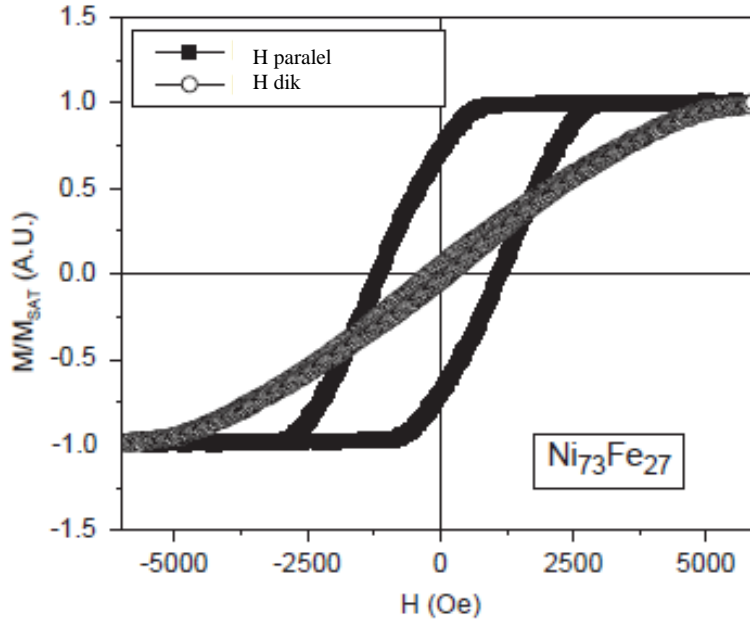


Şekil 2.14. Tek bir telin farklı manyetizasyon düzenlenişleri **a)** tek bir nanotelin tel eksenini boyunca doyumunu **b)** ve **c)** üç nanotelin doyum durumu [21].

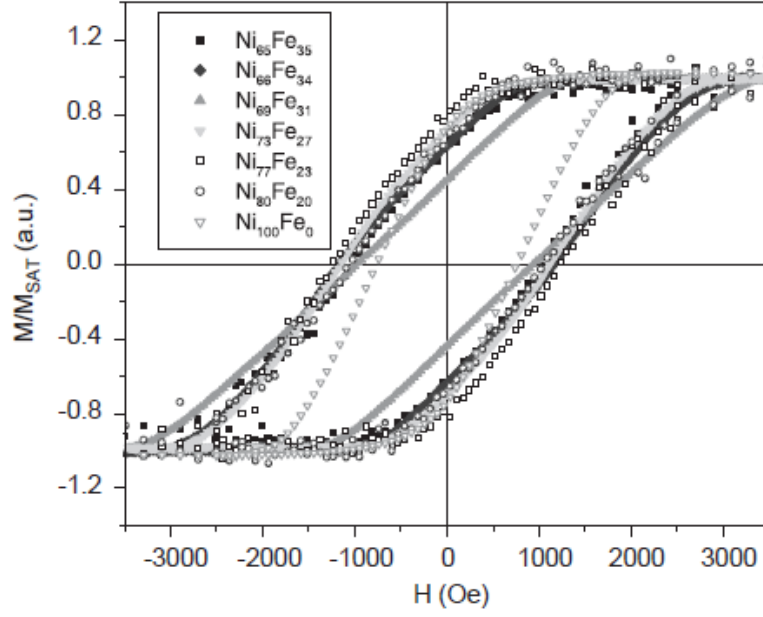
Şekil 2.14a’da ki konfigürasyon demanyetizasyon enerjideki azalma ve şekil anizotropi ile açıklanabilir. Buradaki şekil anizotropi tek eksenlidir. Bu konfigürasyonda demanyetizasyon enerjisi ise tel eksenini boyunca paralel olmayan hizalanmaya karşı minimize edilmiştir. Şekil 2.14b’de uygulanan manyetik alan içerisinde üç nanotel dizisi içermektedir. Tellerin manyetik momentlerin hepsi aynı yönde hizalanmış ve manyetizasyon doyuma gitmiştir. Buradaki dış alanın değeri, demanyetizasyon ile toplam alanın iki katı kadar uzunluktadır ve buradaki tüm alanlar pozitifdir. Şekil 2.14c’de ise sağdaki ve soldaki nanotellerin manyetik momentleri aynı yönde ortadaki farklı yöndedir. Komşular arasındaki demanyetizasyon alanı etkileşmesinden dolayı manyetik momentler zıt yönde yönelmektedir [21].

2.3. KAYNAK ÖZETLERİ

D. Navas ve arkadaşları [24], $Ni_x Fe_{(100-x)}$ alaşım nanotel dizilerini, anodik oksidasyon yöntemiyle elde edilmiş gözenekli alümina taban içerisinde elektrokimyasal yöntem ile üretmişlerdir. Burada $x=65$ ile 100 nm arasında olup, nanotellerin çapını 35 nm olarak rapor etmişlerdir. Gözenekli tabanın yapısını SEM ve AFM, kimyasal kompozisyonunu X-ışını floresans analizi (XRF) ile manyetik özelliklerini ise VSM ile belirlemişlerdir. Şekildende görüleceği gibi alan nanotel eksenine dik uygulandığında hibir histerisiz gözlenmezken, paralel uygulandığında, manyetik anizotropinin etkin olduğunu gösteren büyük bir doyum manyetizasyon histerisiz yer alır. Kolay eksen nanotel düzenlenişine paraleldir. Şekil 2.16' da ise histerisiz eğrisinin kompozisyona bağımlılığı gösterilmiştir. Nanotel eksenine paralel uygulanan manyetik alan ölçümlerinde neredeyse birbirine eş histerisiz eğrileri gözlemlenmiştir. Doğrudan bir karşılaştırma için, bütün numuneler için doyum manyetizasyonu normalize edilmiş ve önemli ölçüde histerisiz eğrisinde kompozisyona bağımlılık gözlemlenmemiştir. Nanotel kompozisyonu $x=77$, optimize edilmiş değeri M_r/M_s değeri 0.79 iken, koersivite değeri ise $H_c=1232$ Oe olarak elde edilmiştir. Koersivitenin en az olduğu değer $Ni_{69}Fe_{31}$ için gözlemlenmiştir.

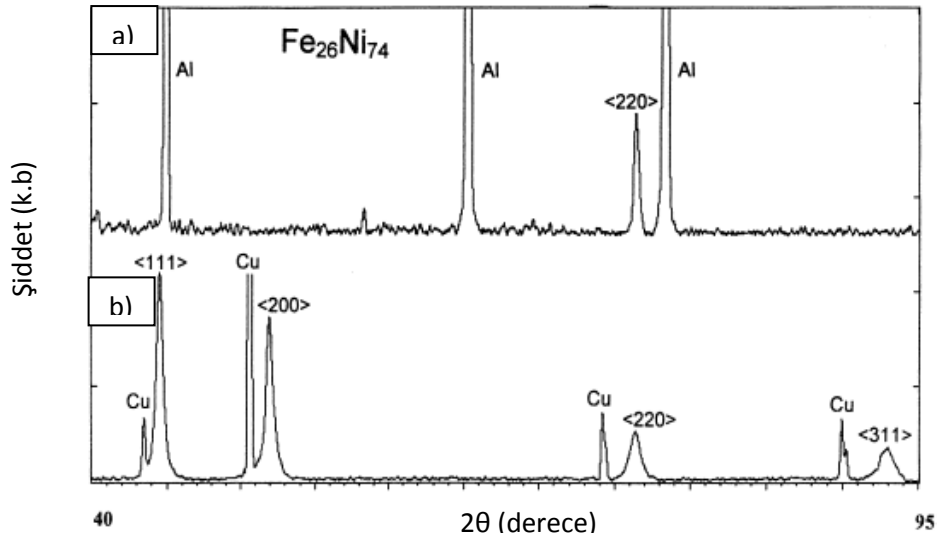


Şekil 2.15 $Ni_{73}Fe_{27}$ nanotelleri için manyetik histerisiz eğrileri. Alan nanotel eksenine dik (\circ) ve paralel (\blacksquare) olarak uygulanmıştır [24].



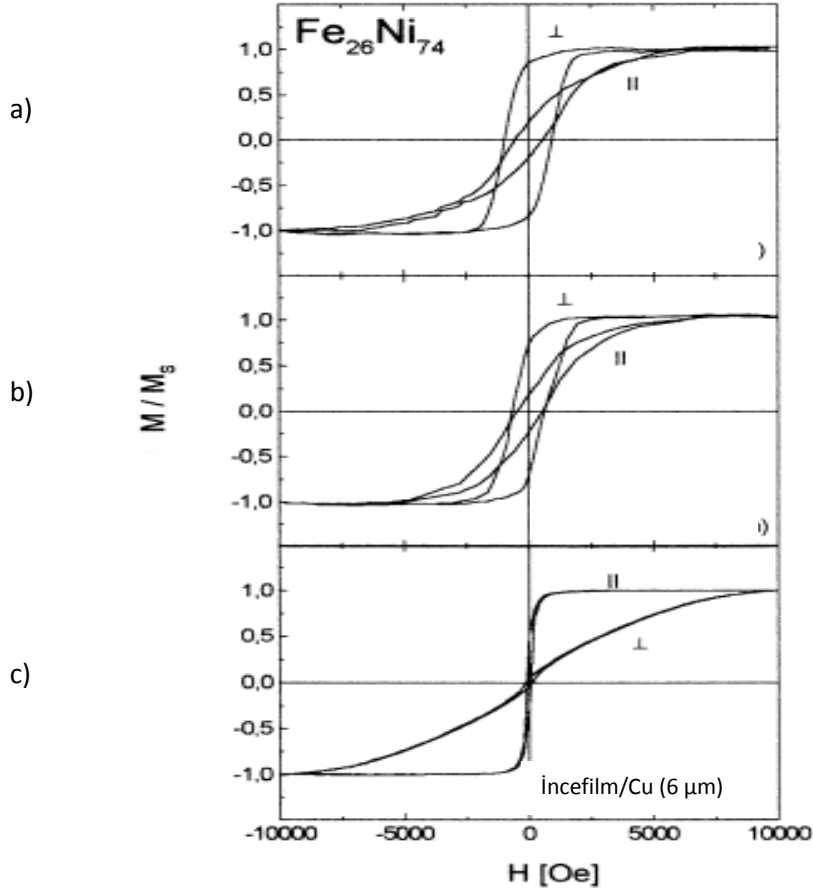
Şekil 2.16. NiFe 'in farklı kompozisyonlar için histerisiz eğrileri [24].

Yine yapılan benzer bir çalışmada, Khan ve Petrikowski 0,5- 2 μm uzunlukta $\text{Fe}_{26}\text{Ni}_{74}$ nanotelleri gözenekli alümina içerisinde elektrokimyasal kaplama yöntemiyle elde etmişlerdir [25]. Elde edilen nanotellerin kimyasal kompozisyonunu X-ışını spektrometresi (EDX) ile belirlemişlerdir. Şekil 2.17' de $\text{Fe}_{26}\text{Ni}_{74}$ nanotellerin ve aynı kompozisyonlu ince filmin X-ışını kırınım deseni görülmektedir. Cu üzerine büyütülmüş $\text{Fe}_{26}\text{Ni}_{74}$ ince film, rastgele yönelimli çoklu-kristal FCC yapıya sahipken, $\text{Fe}_{26}\text{Ni}_{74}$ nanotelleri $\langle 220 \rangle$ yönelimli FCC yapıya sahiptir.



Şekil 2.17. a) anodik alimüna içerisinde $\text{Fe}_{26}\text{Ni}_{74}$ nanotellerin b) Cu taban üzerinde $\text{Fe}_{26}\text{Ni}_{74}$ ince filmin X-ışını kırınım deseni [25].

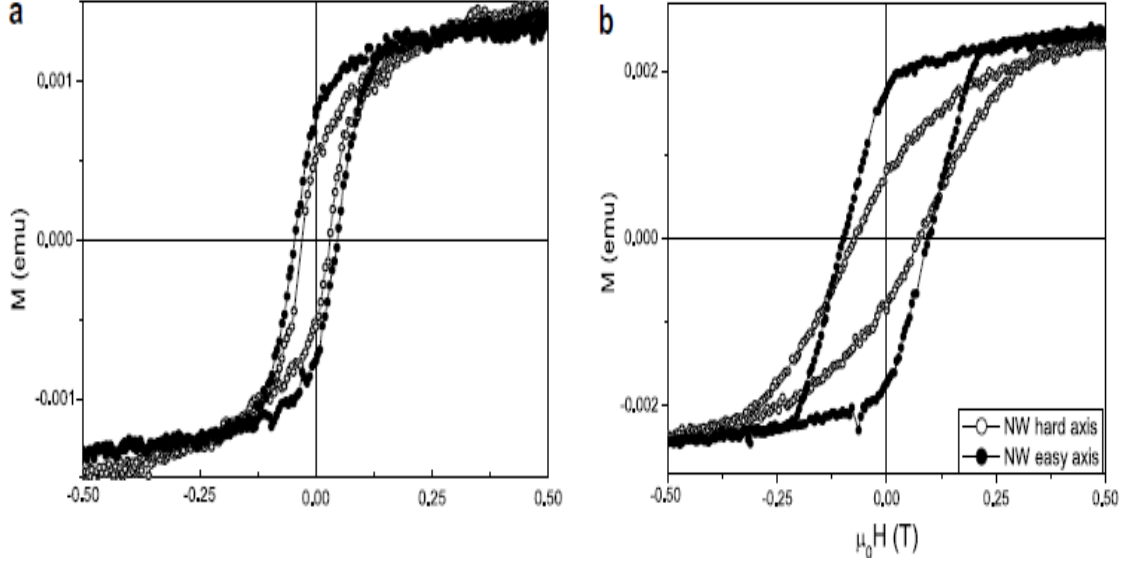
Şekil 2.18'de $\text{Fe}_{26}\text{Ni}_{74}$ nanotel dizilerinin manyetizasyon eğrisi verilmiştir. Tellerin manyetik anizotropiye sahip ve koersivitenin 0,1 Oe'den küçük olduğu rapor edilmiştir. 0.5 μm uzunluğunda ve 18 nm çaplı nanotellerin koersivitesi $H_c=738$ Oe ve $M_r/M_s=0.75$ olarak rapor edilmiştir. 1,5 μm uzunluğundaki nanotellerde ise koersivite değeri $H_c=967$ Oe, M_r/M_s değeri 0.85 olarak rapor edilmiştir. Nanotellerin uzunluğu arttıkça koersivite ve doyum manyetizasyonların değerinde arttığı gözlenmiştir [25].



Şekil 2.18. a) 1,5 μm uzunluğundaki $\text{Fe}_{26}\text{Ni}_{24}$ nanotellerin b) 0,5 μm uzunluğundaki $\text{Fe}_{26}\text{Ni}_{24}$ nanotellerin c) $\text{Fe}_{26}\text{Ni}_{24}$ ince filminin histerisiz döngüsü [25].

Leitao ve arkadaşları [26], anodik oksidasyon yöntemiyle oluşturdukları nano gözenekli alümina içerisinde Ni ve $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ nanotelleri puls elektrokimyasal yöntem ile ürettiklerini rapor etmişlerdir. Şekil 2.19 a ve b'de her iki örnek için manyetizasyonun uygulanan alana karşı davranışı verilmiştir. Manyetik ölçümler oda sıcaklığında VSM ile ölçülmüştür. Şekil 2.19a' da Ni nanotellerde neredeyse izotropik davranış gözlenmiştir. Ni nanotel için doyum alanı $\mu_0 H_{\text{sat}} \approx 0.10$ T,

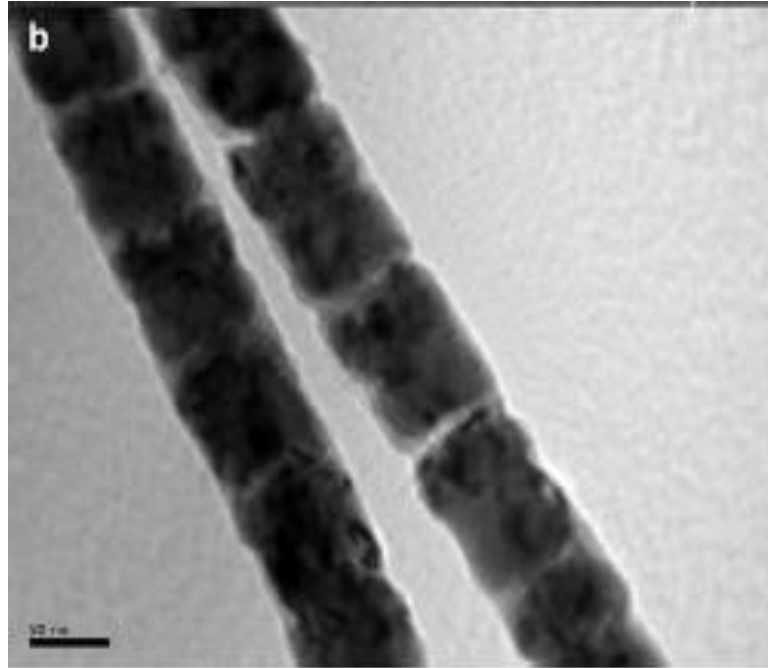
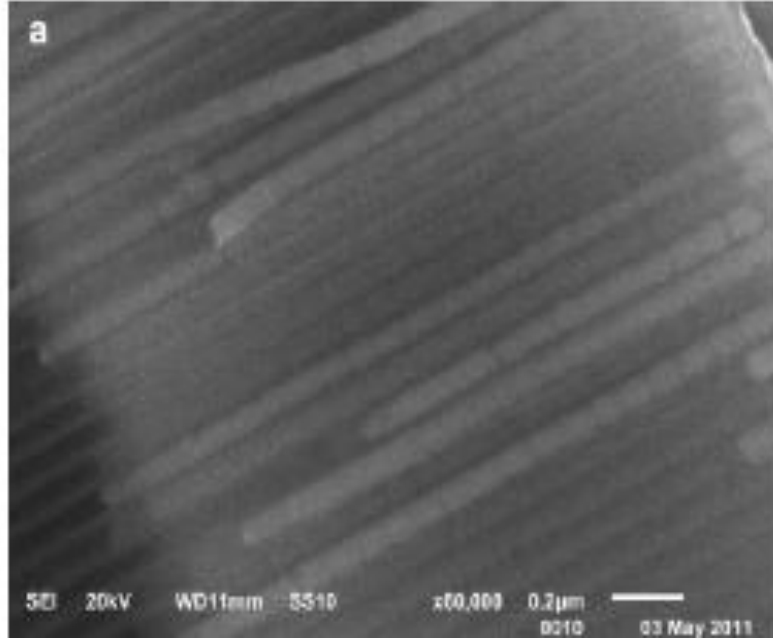
koersivite alanı $\mu_0 H_c \approx 0,03$ T olarak belirlenmiştir. Literatüre göre anizotropik davranışın bu sistemler için beklenen bir durum olduğu rapor edilmiştir [26]. Şekil 5b’de $Ni_{80}Fe_{20}$ nanotelleri için beklendiği gibi anizotropik davranış gözlenmiştir, nanotelin kolay eksenini boyunca $\mu_0 H_c \approx 0,098$ T ve $\mu_0 H_{sat} \approx 0,20$ T iken, manyetik alan nanotel eksenine dik bir şekilde uygulandığında $\mu_0 H_c \approx 0,073$ T, $\mu_0 H_{sat} \approx 0,26$ T olarak gözlenmiştir.



Şekil 2.19. a) Ni nanoteller b) $Ni_{80}Fe_{20}$ nanoteller için manyetik histerisiz eğrisi [26].

Altıgen şekilli nanotellerin manyetik anizotropisine üç farklı katkı olduğu düşünülmüştür. Bunlar, numunenin demanyetizasyon alanı, her bir nanotelin katkısı ve nanotellerin manyetokristal anizotropisidir. Ni ve $Ni_{80}Fe_{20}$ nanotelin uzun eksenini boyunca manyetize olmayı tercih etmişlerdir. Böylece boyuna anizotropi gözlemlenmiştir. Her iki durumda da tek domainli tel çapının neredeyse 50 nm’den az olduğu düşünülmektedir [26].

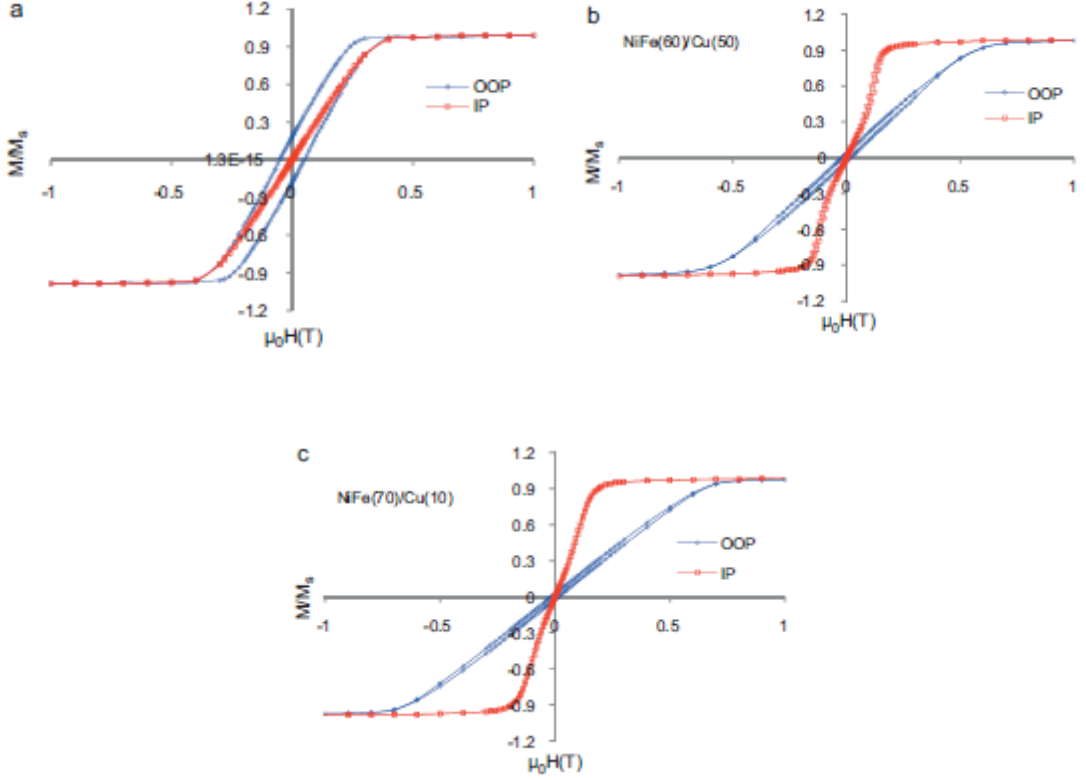
Elbaile L. ve arkadaşları [27] gözenekli alümina tabanları anodik oksidasyon yöntemiyle üretmişleridir. Daha sonra 70 nm çapında homojen NiFe/Cu çok katmanlı nanotelleri puls elektrokimyasal yöntem uygulayarak $30^\circ C$ ’ de üretmişlerdir. -1,5 V ve 0,3 V’ luk potansiyellerin ardışıklı uygulanması ile 21 katmanlı nanoteller üretilmiştir. Şekil 2.20’ de NiFe/Cu çok katmanlı nanotellerin SEM ve TEM fotoğrafları verilmiştir.



Şekil 2.20. NiFe/Cu çok katmanlı nanotellerin **a)** SEM **b)** TEM fotoğrafları [27].

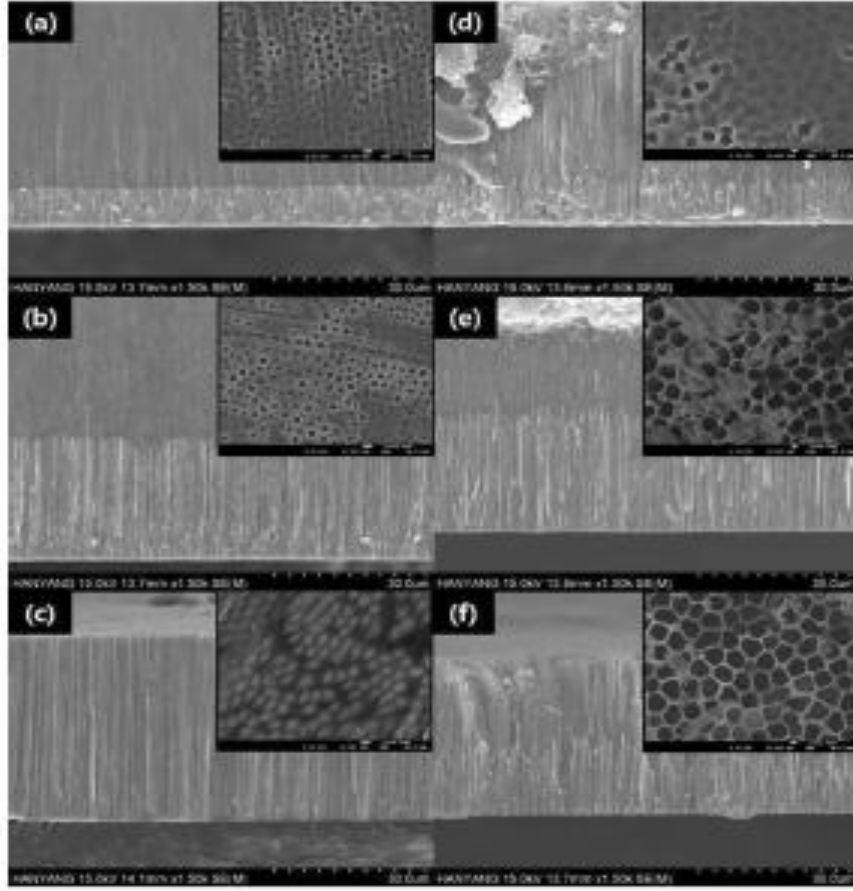
Tellerin manyetik karakterizasyonu oda sıcaklığında VSM ile belirlenmiştir. Manyetik alan ise nanotelin uzun eksenine dik ve paralel şekilde uygulanmıştır. Şekil 2.21’de farklı uzunluk ve kompozisyonlardaki nanotellerin manyetik histerisiz eğrileri görülmektedir.

Şekil 2.21a 'da NiFe nanotel dizisi neredeyse izotropik manyetik davranış göstermiştir. Bu durum nanoteller arasındaki dipolar etkileşimlerle açıklanmıştır. Şekil 2.21b ve 2.21c'de (NiFe₆₀/Cu₅₀) ve (NiFe₇₀/Cu₁₀) için histerisiz eğrileri verilmiştir.



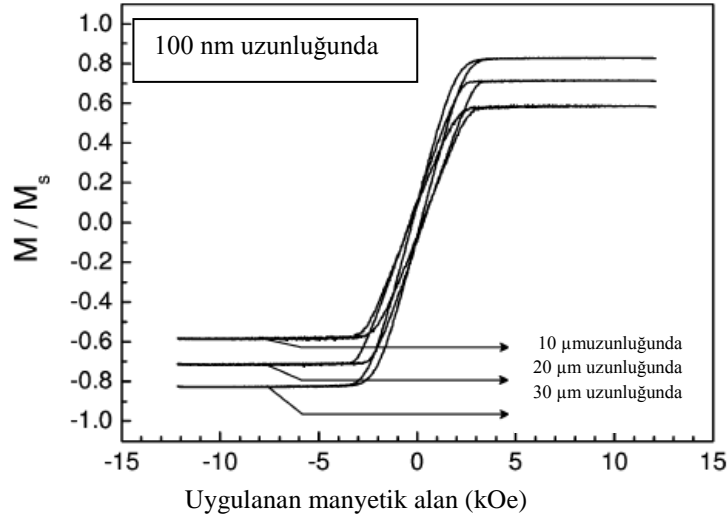
Şekil 2.21 a) NiFe, **b)** (NiFe₆₀/Cu₅₀) **c)** 70 nm çapında (NiFe₇₀/Cu₁₀) nanotellerin normalize edilmiş manyetik histerisiz eğrileri [27].

Cho ve arkadaşları [28], farklı gözenek çaplarındaki (100 nm, 200 nm) gözenekli alüminyum oksit tabanları 0,3 M oksalik asit çözeltisinde anodik yöntem ile hazırlamışlardır. Anodizasyon işleminin detayları Tablo 1'de verilmiştir. Aynı zamanda 200 nm çapında ticari temin edilen AAO tabanlar (Whatman) deneylerde kullanılmıştır. Nanotellerin manyetik özellikler VSM ve network analyzer (Anritsu, 37247D) kullanarak incelemişlerdir ayrıca numunenin mikro yapısı (Şekil 2.22) SEM kullanılarak analiz etmişlerdir.



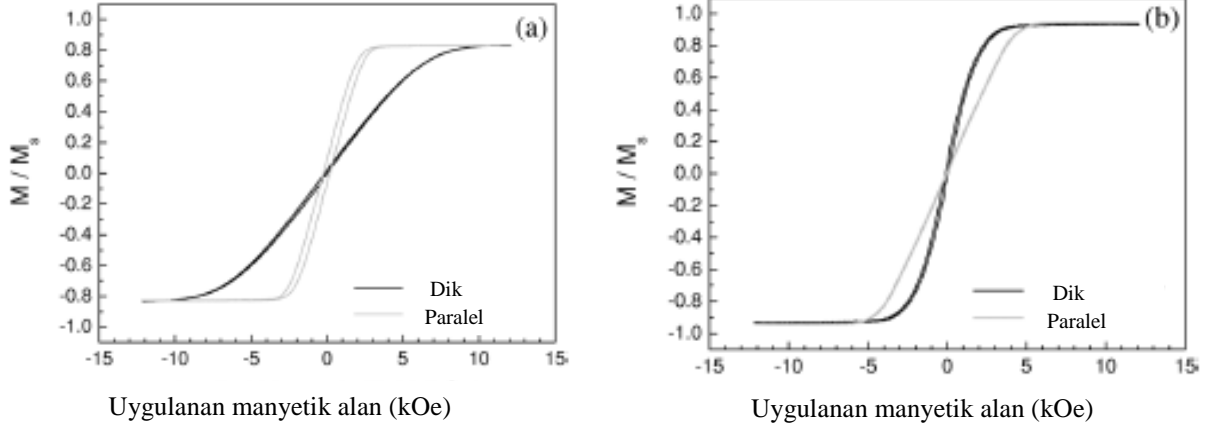
Şekil 2.22. Farklı boyutlardaki AAO içerisinde üretilen NiFe nanotellerin **a)** 100 nm çapında 10 μm uzunluğunda **b)** 100 nm çapında 20μm uzunluğunda **c)** 100 nm çapında 30 μm uzunluğunda **d)** 200 nm çapında 10μm uzunluğunda **e)** 200 nm çapında 20 μm uzunluğunda **f)** 200 nm çapında 30 μm uzunluğundaki SEM görüntüleri [28].

NiFe nanotellerin kompozisyonu ise TEM kullanılarak analiz edilmiş ve $Ni_{80}Fe_{20}$ olduğu belirlenmiştir. Şekil 2.23’de 100 nm çapında farklı uzunluktaki nanotellerin manyetik histerisiz eğrileri sınıflandırılmıştır. 100 nm çapında nanotellerin manyetik histerisiz eğrileri nanotel eksene paralel şekilde uygulanarak ölçülmüştür. Nanotel dizisinin doyum manyetizasyonu M_s , tellerin uzunluğunun artmasıyla artmıştır. Nanotel üretim sürecinin artmasıyla daha düzgün ve homojen nanoteller elde edildiği gözlenmiştir.



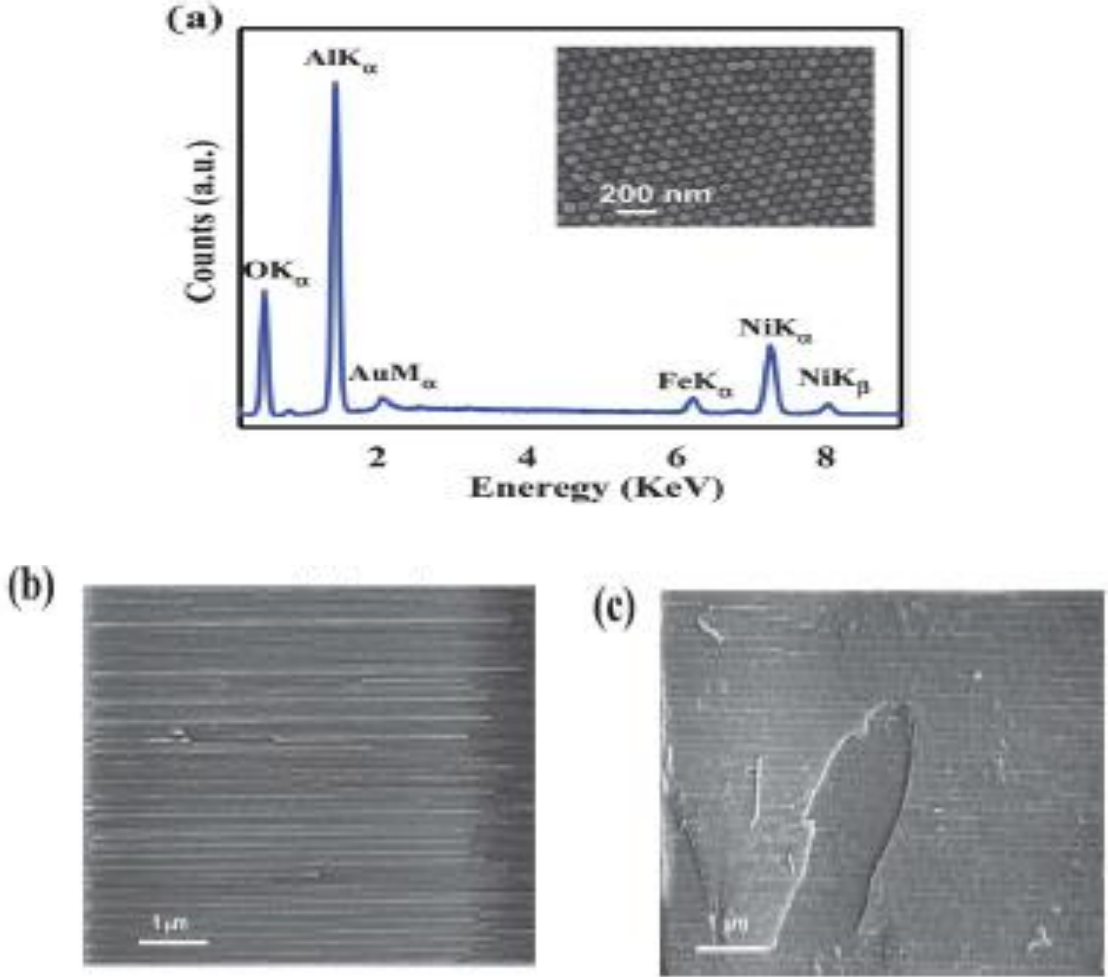
Şekil 2.23. 100 nm çapında farklı uzunluktaki manyetik histerisiz eğrileri [28].

Şekil 2.24' de ise farklı çaplarda aynı uzunluktaki nanotellerin manyetik histerisiz eğrileri tel eksenine hem paralel hemde dik uygulanarak elde edilmiştir. 100 nm çapındaki nanotelin manyetizasyon kolay eksen paralel yönelimlidir (şekil 2.24a). Şekil 2.24 b' de ise 200 nm çapındaki nanotel için kolay eksen, uygulanan alan dik yönde olduğunda gözlemlenmiştir.



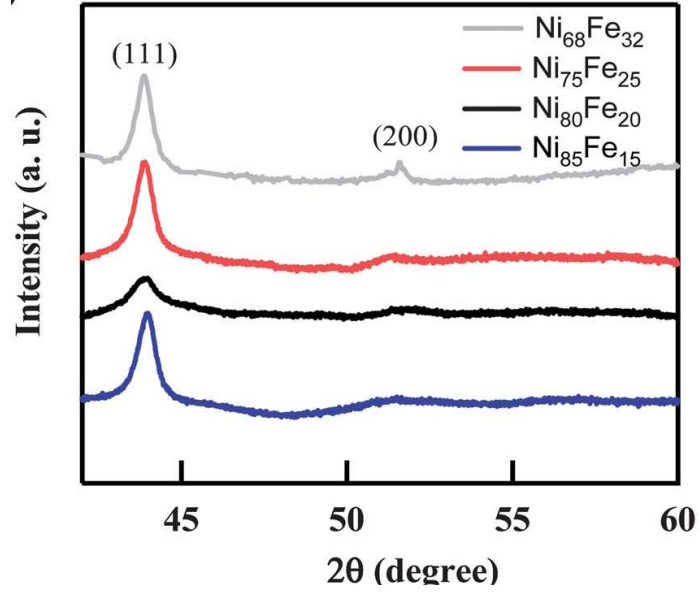
Şekil 2.24. 30 μm uzunluğunda a) 100 nm b) 200 nm çapında nanoteller için manyetik histerisiz eğrileri [28].

Salem ve arkadaşları [29], oldukça saf alüminyum tabanları oksidasyon yöntemiyle gözenek yarıçapı ve gözenekler arası uzaklık sırasıyla 41 nm ve 110 nm olacak şekilde üretmişlerdir. Şekil 2.25’ de alümina içerisinde elektrokimyasal olarak üretilen nanotellerin EDX spektrumu görülmektedir. İstenilen kompozisyon %20 demir %80 nikel oranları 100 ms’ de elde etmişlerdir. $Ni_{85}Fe_{15}$, $Ni_{75}Fe_{25}$ ve $Ni_{68}Fe_{32}$ kompozisyonlar ise sırasıyla 50, 400, 450 ms’ de elde etmişlerdir.

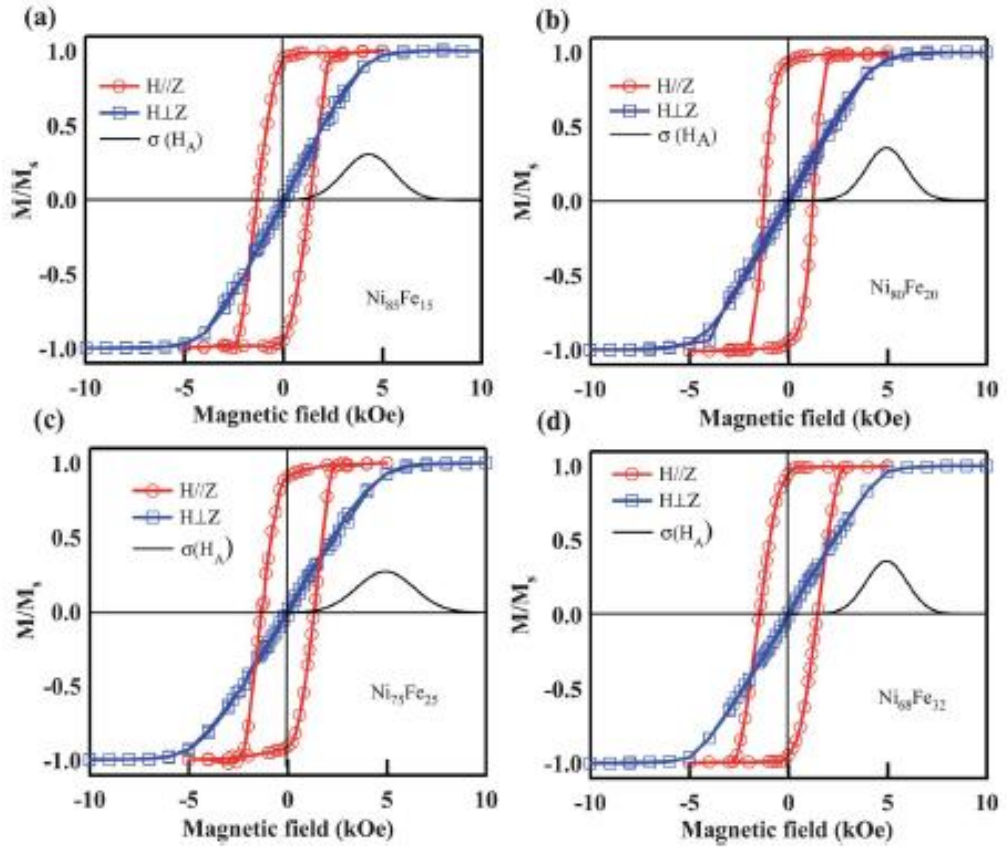


Şekil 2.25. $Ni_{1-x}Fe_x$ nanotel dizilerinin a) EDX spektrumunu b) ve c) sırasıyla 39 ve 36 nm çaplarındaki $Ni_{80}Fe_{20}$ nanotellerin yan kesit görüntüleri [29].

Şekil 2.26’da ise alümina içerisinde gömülü farklı kompozisyonlarda $Ni_{1-x}Fe_x$ nanotel dizilerinin XRD ölçümleri görülmektedir. Bu ölçümlerde nanotellerin tek fazda ve yüzey merkezli kübik yapıda olduğu belirlenmiştir.

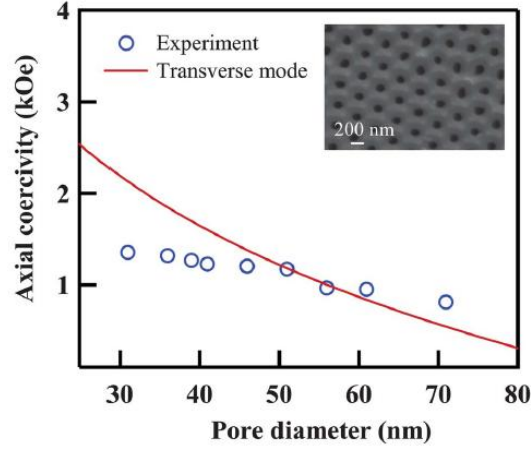


Şekil 2.26. Alümina içerisine gömülü farklı kompozisyonlarda $Ni_{1-x}Fe_x$ nanotel dizilerinin XRD ölçümleri [29].



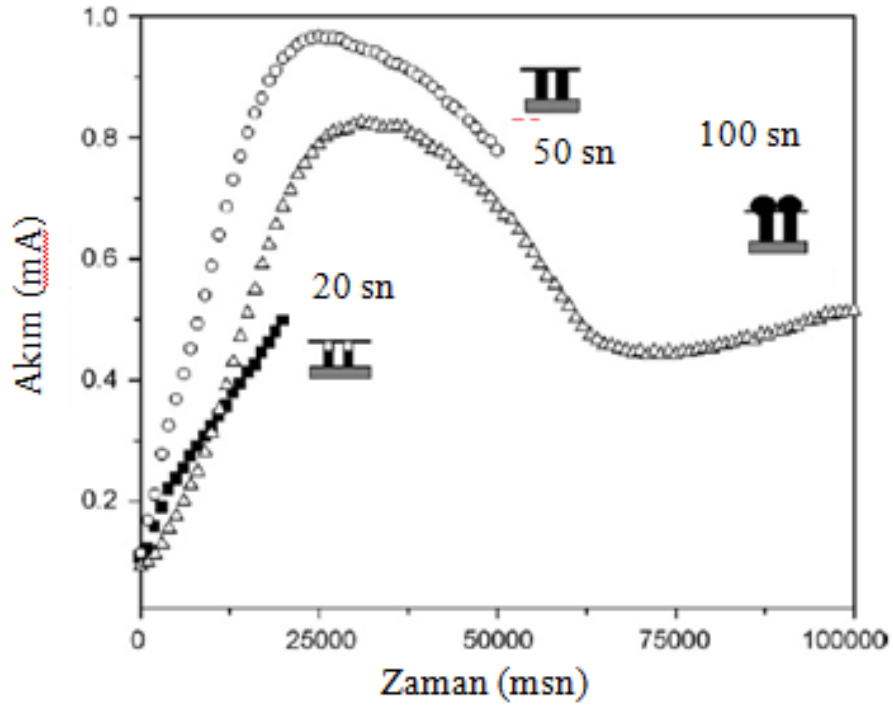
Şekil 2.27. Oda sıcaklığında 5 μm uzunluğunda a) $Ni_{85}Fe_{15}$, b) $Ni_{80}Fe_{20}$, c) $Ni_{75}Fe_{25}$ d) $Ni_{68}Fe_{32}$ normalize edilmiş histerisiz eğrileri [29].

Yapılan histerisiz eğrisi ölçümlerinde eni iyi soft manyetik davranışı ve düşük koersiviteyi $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ nanotelleri göstermiştir.

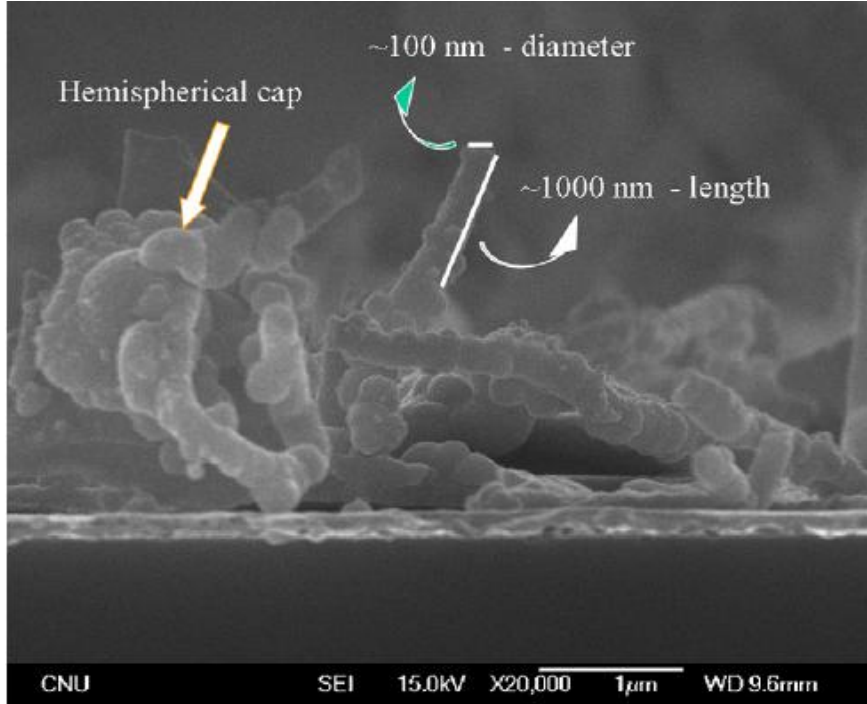


Şekil 2.28. $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ nanotel dizilerinin koersivite alan eksenini [29].

Rani ve arkadaşları [30], elektrokimyasal kaplama yöntemini kullanarak NiFe nanotellerini polimer tabanlar içerisinde elde ettiklerini bildirmişlerdir. Deneyler -1 V' luk sabit potansiyel altında 20, 50 ve 100 saniyede gerçekleştirilmiştir. Şekil 2.29' da gösterilen akım-zaman eğrileri verilmiştir. Akımdaki değişimler, nanogözeneklerin kütle aktarımını sınırlamasından ve indirgenme potansiyelinde oluşan azalmadan kaynaklanmaktadır. Akımdaki ikinci artış ise kaplamanın yüzeyde başladığını göstermiş ve tellerin üzerinde Şekil 2.30' da görülen yapılar oluşmuştur. Şekil 18' de her üç depolama süreci sonucu oluşan nanotellerin manyetik özellikleri incelenmiştir. Kaplama süresinin artması ile manyetik momentlerde de artış gözlenmiştir. Elektrokimyasal toplanma süreci arttıkça koersivite de artmıştır. Manyetik alan tel eksenine paralel uygulandığında, geometrik anizotropi kristal anizotropiye az da olsa baskın hale gelmiştir.

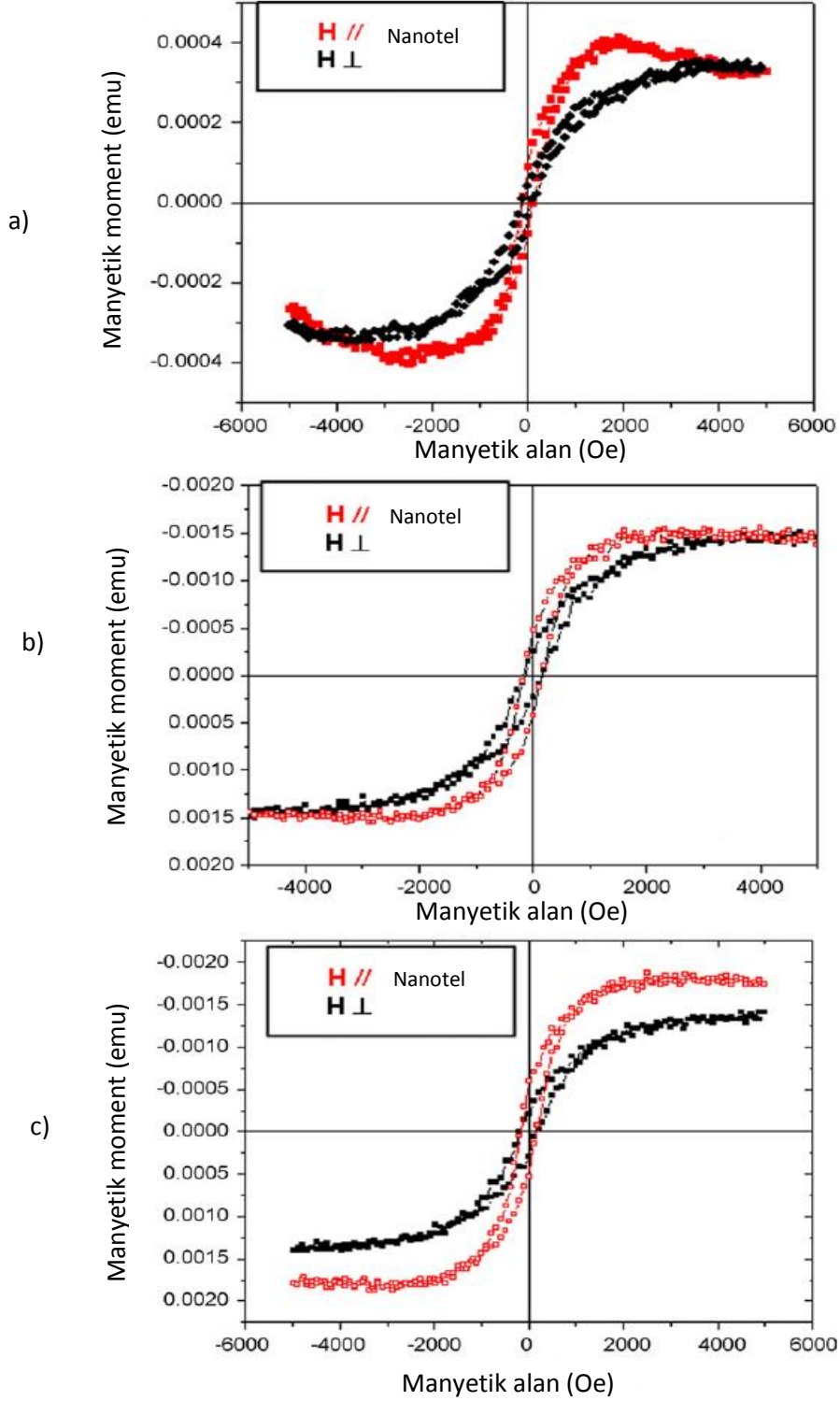


Şekil 2.29. 20,50 ve 100 sn için NiFe nanotellerin akım-zaman eğrileri [30].



Şekil 2.30. 100 sn depolama sonucu oluşmuş NiFe nanotellerin SEM görüntüsü [30]

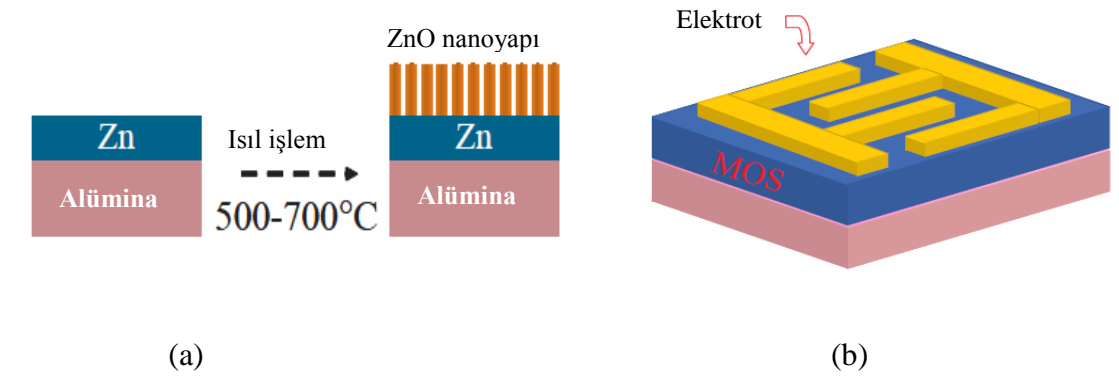
Şekil 2.31' de ise farklı sürelerde üretilen nanotellerin manyetizasyon eğrileri verilmiştir.



Şekil 2.31. a) 20 sn, b) 50 sn, c) 100 sn, depolama sürelerinde elde edilmiş NiFe nanotellerin M-H eğrileri [30].

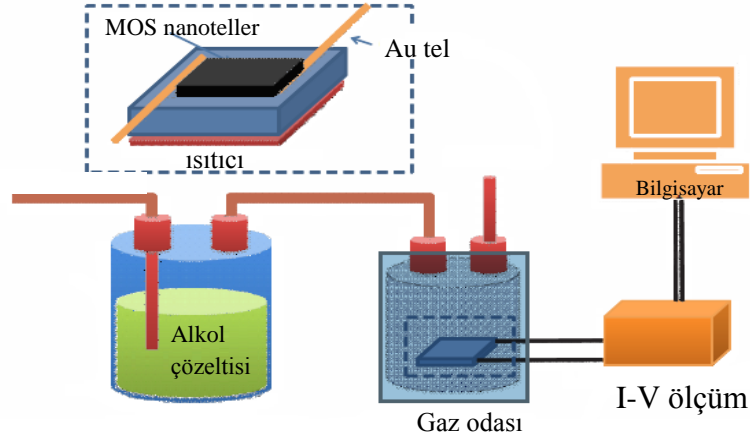
Şu ana kadar üretim yöntemlerini verdiğimiz nanotellerin farklı uygulamalardan birkaçına aşağıda değinilmiştir.

Choopun ve arkadaşları [31], alkol sensörü yapmak amacıyla ZnO ve CuO metal oksit yarıiletken nanotelleri termal oksidasyon tekniği ile sentezlenmişlerdir. Nanotellerin sentezi için 0,1 mm kalınlığında uygun bir taban (oluşturulacak nanotelin cinsine göre Zn veya Cu) üzerine belirli kalınlıktaki Zn kaplanmıştır. Oksijen ortamında uygun sıcaklıkta ve basınçta ısıtılma işlemi gören yapıda kendiliğinden nanoyapılar oluşturulmuştur. Bu yöntemle nanotel üretimi Şekil 2.32a 'da, üretilen sensörün şematik gösterimi ise Şekil 2.32b' de verilmiştir [31].



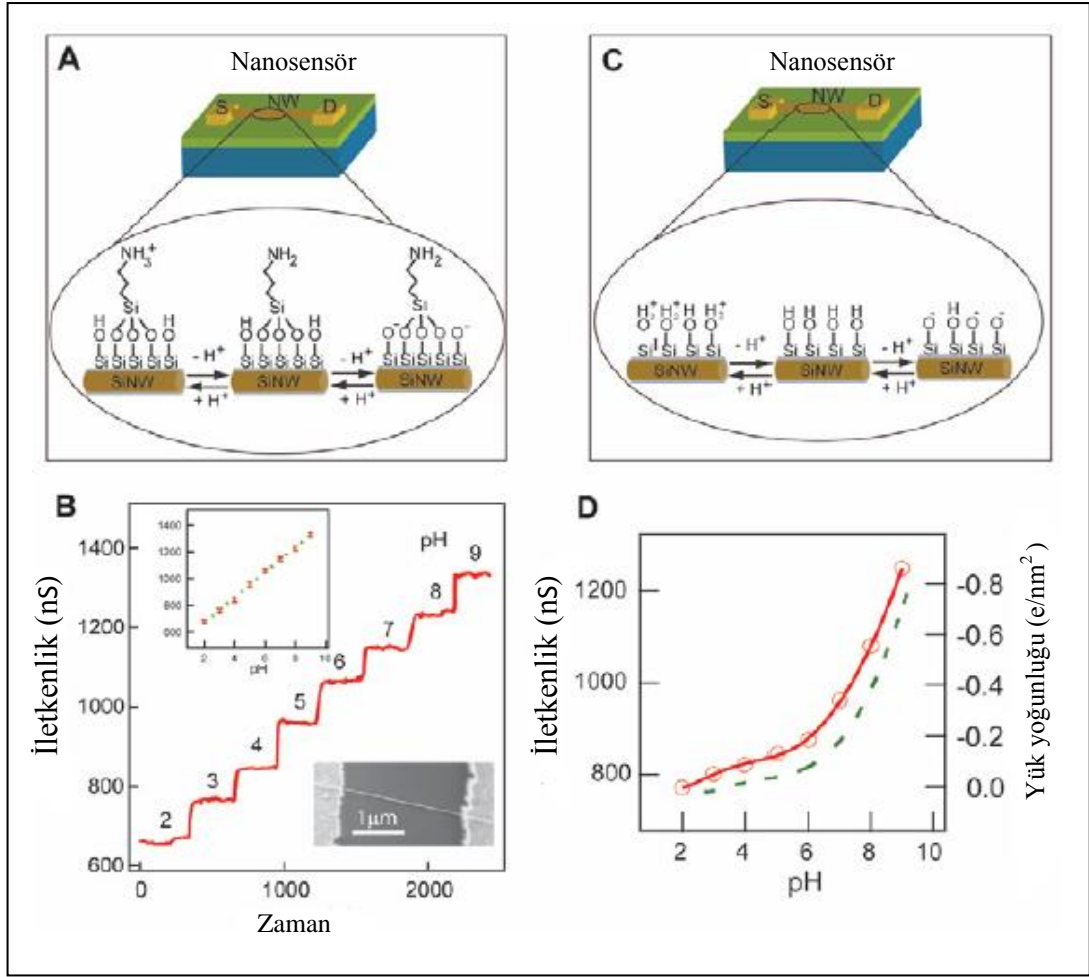
Şekil.2.32 a) Alümina taban üzerine termal oksidasyon tekniği ile sentezlenen ZnO nanotellerin sistematik gösterimi **b)** Üretilen sensör yapısının şematik gösterimi [31].

ZnO nanotel tabanlı MOS sensörünün duyarlılığı ve diğer özellikleri gaz ortamında çalışılmıştır. Şekil 2.33' deki Isıtıcı bobin sensörü istenilen çalışma sıcaklığında tutmak için kullanılmıştır. Ethanol algılama özelliği sensörün ethanol ortamındaki direncinin değişimi ile belirlenmiştir [31].



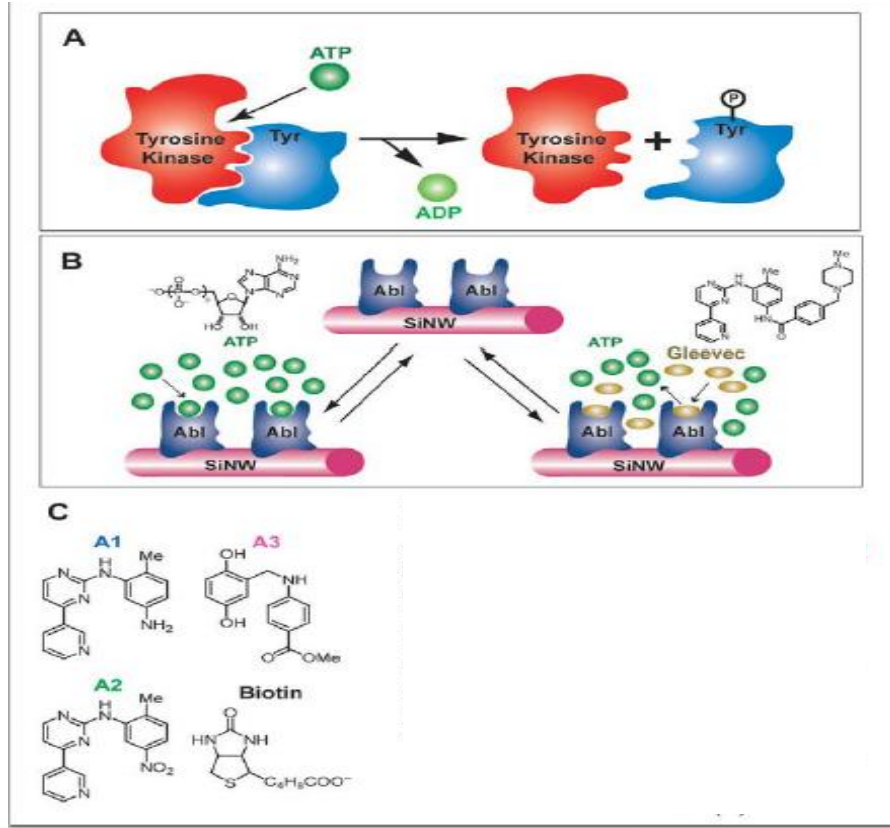
Şekil 2.33. Etanol algılama mekanizmasının şematik gösterimi [31].

Cui ve arkadaşları [32] benzer yöntemle ürettikleri, Si tabanlı nanosensörü pH algılama sensörü olarak geliştirmişlerdir. Bunun için silikon nanotel yüzeyi 3-aminopropyltriethoxysilane modifiye edilmiştir. Si nanotel boyunca yer alan amino ve silanol grupları hidrojen iyonları için reseptör olarak görev yapmıştır. pH' ı ölçülmek istenen çözelti içerisinde nanotel tabanlı nanoaygıtın yüzeyinde net yükte değişiklik meydana gelir ve sensör direnci Şekil 2.34b' de gösterildiği gibi değişir ve pH' nın artmasıyla birlikte iletkenliğinde arttığı görülür. Yüzeydeki pozitif yüklerin artması pH değerinin artmasıyla doğru orantılıdır. Yüzey reseptörleri nanotel tabanlı nanosensörün tepkisini tamamlayıcı rol oynar. Şekil 2.34c' de hidrojen iyonlarını algılamak için sadece silanol grup içeren nanosensör gösterilmiştir. pH' nın iletkenlik ve yük yoğunluğuna bağlı olarak değişimi Şekil 2.34d' de göstermiştir [32]. Yük yoğunluğunun ve buna bağlı olarak iletkenliğin artması çözelti pH' sını artırmıştır (Şekil 2.34).



Şekil 2.34. pH algılama sensörünün şematik gösterimi [32].

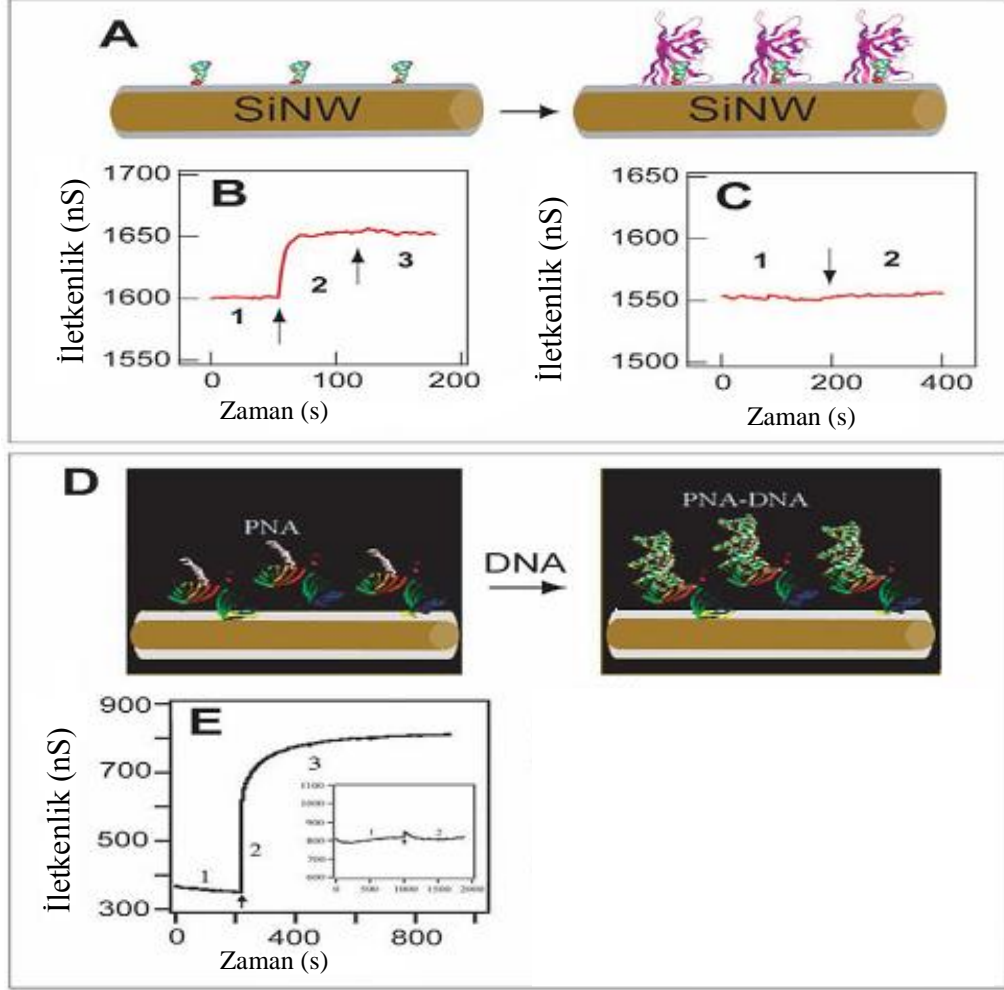
Grosios ve arkadaşları [33] ilaç keşfi ve tanımlanması için algılama mekanizması geliştirmeye yönelik olarak, Ab1 kinaz ile bağlı silikon nanotellerin yüzeyine ATP' nin bağlanmasını ve Gleevec ilacı gibi ATP ile bağlı organik moleküllerin bağlanmasını da incelemiştir. Ab1 ile bağlı negatif yüklü ATP' nin silikon nanotel yüzeyine gerçek zamanlı bağlanmasının tespit edilmesi p-tipi nanotel aygıtının iletkenliğin artması ya da azalmasıyla belirlenmiştir [33].



Şekil 2.35. İlaç keşfi ve tanımlanması için algılama mekanizması [33].

Hahm ve arkadaşları [34] DNA ve proteinin tespit edilmesi içinde çalışmalar yapmışlardır. Sulu çözelti içerisinde yer alan yüklü peptit nükleik asit (PNA) gibi biyolojik makro moleküller, nanotelin aktif yüzeyine uygun reseptörlerle bağlanarak nanotel sensör ile tespit edilmiştir. Protein algılama mekanizması için biyotin molekülü tellerin oksit yüzeyine bağlanmıştır (Şekil 2.36a). Streptavidin özel algılanması için, yüzeydeki biyotin reseptörler önemli rol oynamaktadır. Biyotin reseptörle modifiye edilmiş silikon nanotel tabanlı nanosensör aygıtı (negatif yüklü) streptavidin içeren çözeltiye bırakıldığında iletkenlik Şekil 2.36b' den de görüleceği sabit bir değerden birdenbire artmıştır. Biyotin molekülü modifiye edilmemiş silisyum nanotele streptavidin çözeltisi bırakıldığında, iletkenlikte bir değişiklik olmayacağı görülmüştür (Şekil 2.36c). Şekil 2.36d' de DNA hedef molekülün tanınması için silikon nanotel yüzeyine peptit nükleik asit (PNA) molekülü bağlanmıştır. PNA molekülü DNA tespiti için reseptör olarak görev yapmıştır. p-tipi

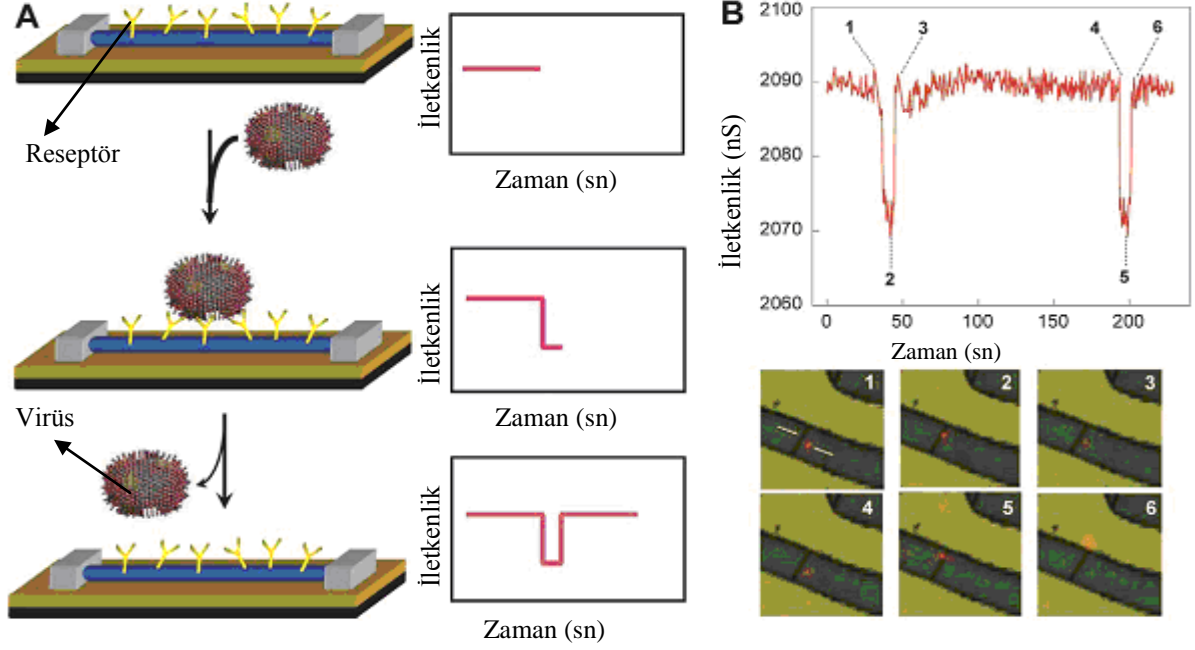
Si nanotel nanoaygıtı üzerine DNA (negatif yüklü) bağlanması ile yüzeydeki negatif yük yoğunluğu artmıştır. Bunun sonucu olarak Şekil 2.36’ de görüldüğü gibi iletkenlikte artmıştır [34].



Şekil 2.36. DNA ve protein algılama mekanizması [35].

Tek bir virüsü algılama amacı ile Patolsky ve arkadaşları [35] sensör geliştirmişlerdir. Bu çalışmanın aşamaları Şekil 2.37a’ da resimlendirilmiştir. Bu çalışmada influenza grip virüsünü algılamak için, p-tipi nanotel aygıtı monoklinal antikor ile birlikte modifiye edilmiştir. Bir virüs parçacığı, nanotel cihazın antikor reseptörüne bağlandığında, nanoaygıtın iletkenliği, taban değerine göre değişmiştir. Virüs tekrar serbest bırakıldığında iletkenlik başlangıç değerine dönmüştür. Şekil 2.37b’ de negatif yüklü grip virüsünün yüzeye bağlandığı ve bağlanmadığı durumda

iletkenlik deęiřimi, optik ve elektriksel veriler grlmektedir. Virs nanotel uzakta iken iletkenlik bařlangıç deęerinde iken, tek bir virs nanoaygıtı baęlandıęında iletkenlikte ani bir dřř meydana gelmiřtir. Aynı zamanda lmler, elektriksel yanıtın olması iin mutlaka virsn nanotel aygıtıyla temas halinde olması gerektięini gstermiřtir [35] .



řekil 2.37. Tek virs tespiti iin algılama mekanizması [35].

2.4. MANYETOEMPEDANS ETKİ (GMI)

Manyeto empedans etki (GMI) 1992 yılında keşfedilmiştir [36]. Bir dc manyetik alan (H_{dc}) altında, iletkenden yüksek frekanslı ac akım geçirilmesiyle ortaya çıkan kompleks empedansın (toplam empedans) değişimi olarak tanımlanmaktadır. Dış alana bağlı olarak malzemenin empedansında ortaya çıkan çok yüksek değişim, büyük manyetoempedans olarak ifade edilir. Numune boyunca ac akım geçirildiği zaman manyetizasyon değişiminden dolayı tel numunelerde dairesel manyetik alan oluşurken, şerit numuneler de ise enine manyetik alan oluşur. Son 10 yıl içerisinde önemli ölçüde soft manyetik tellerde, şeritlerde, ince filmlerde, manyetik kayıt ve sensör uygulamaları nedeniyle önemli ölçüde artmıştır [37]. Manyetoempedans etki malzemenin magnetostriction değerine, anizotropiye, domeyn yapısına, ac akım frekansına bağlıdır. GMI oranı Eş 33' deki gibi tanımlanabilmektedir.

$$\Delta Z/Z(\%) = 100\% \times \frac{Z(H) - Z(H_{\max})}{Z(H_{\max})} \quad (33)$$

GMI duyarlılığı uygulanan dc dış alan birlikte GMI oranının türevi olarak Eş. 34'deki gibi verilmektedir.

$$\% \text{ Sensitivity} = \frac{d\left(\frac{\Delta Z}{|Z_0|}\right)}{dH_{\text{ext}}} \cdot 100\% \quad (34)$$

Bugünkü dünyada yüksek duyarlılıklı mikro boyuttaki sensörlerde, hızlı yanıt, düşük maliyet gerek duyulan talepler arasındadır. GMI [38]. Buna ek olarak GMI sensorün, GMR (Manyetodirenç) sensöre göre daha hassas olduğu belirlenmiştir. GMR malzemeler genellikle, %1-2 gibi küçük değişimlerin tespiti için büyük alanlara ihtiyaç duyar bunun aksine, GMI malzemelerde, %1-2 empedans değişimi için oldukça küçük alanlar yeterlidir. Herhangi bir malzemenin GMI etkisi göstermesi için sahip olması gereken bazı özellikler vardır. Bunlar;

- 1- Malzeme manyetik olarak yumuşak olmalıdır. Yani bu malzeme manyetizasyon çevrimi sırasında küçük kayıplara (küçük H_c) sahip olmalı ve kolaylıkla manyetize olmalıdır.
- 2- Zor eksenin koersivitesi düşük olmalıdır. Yani numune manyetizasyonunun kolay eksen boyunca yönelmiş olması gerekmektedir. Malzeme belirlenmiş bir anizotropi eksenine sahip olmalıdır. Ayrıca anizotropi alan değerinin de oldukça küçük olması gerekir.
- 3- M-H histerisiz oldukça ince ve dar olmalıdır. Koersivite alanı küçük olmalıdır.
- 4- ac akım malzemeye anizotropi yönüne dik bir şekilde uygulanmalıdır. ac akımdan dolayı ortaya çıkan H_{ac} alanı anizotropi alanına (H_k) oranla küçük olmalıdır.
- 5- Dış alanla etkileşimin fazla olması için malzeme büyük doyum manyetizasyonuna sahip olmalıdır.
- 6- Malzeme ac akım taşıdığı için küçük bir özdirence ($\leq 100 \mu\Omega \cdot \text{cm}$) sahip olmalıdır. Manyetik malzemelerin çoğu yüksek özdirence sahip olduğundan dolayı bu durum önemlidir.
- 7- Malzeme küçük manyetostriksiyona sahip olmalıdır. Çünkü manyetostriksiyon, anizotropinin kaynağı olabilir. Manyetostriksiyon'dan dolayı mekaniksel stresler malzemelerin soft özelliklerini değiştirir. Anizotropi yönündeki değişimlerin manyetoempedans değerini düşürdüğü belirlenmiştir [38].

2.5. GMI ETKİNİN TEORİSİ

GMI kavramı iletkenin yüzey derinliğinin empedansa bağımlılığı fikridir. İletken üzerinden akan yüksek ac akım yüzeyden malzeme içine sızar. Akım iletkenin iç kısımlarına doğru üstel olarak azalır. İletkenin içerisindeki bir nokta ile iletkenin yüzeyi arasındaki uzaklıkta, yüzeyde akım değeri başlangıçtaki % 37'ne azalır. Bu yüzey derinliği δ olarak bilinir ve Eş.35' deki gibi ifade edilir.

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\omega \sigma \mu}} \quad (35)$$

Yüzey derinliği, frekansın (ω), iletkenliğin (σ) ve geçirgenliğin (μ) karekökü ile ters orantılıdır. Ferromanyetik malzemelerde μ , frekansa, ac akımın büyüklüğüne, dış alanın büyüklüğüne ve yönüne bağlıdır. Soft ferromanyetik malzemelerde uygulanan dış manyetik alanın geçirgenliğe güçlü bir şekilde bağlı olması GMI etkiyi arttırmaktadır. Geçirgenlik dolayısıyla yüzey derinliği, dc dış manyetik alan tarafından etkili bir şekilde kontrol edilebilir. Şerit ya da tel şeklindeki iletkenler için GMI etki, boyuna uygulanan dc manyetik alanda, ac geçirgenliğin enine olduğu gözlemlenmiştir. Geçirgenlikteki değişikliği anlayabilmek için manyetizasyonun kaynağını iyi bilmek gereklidir. Bunlar domeyn duvar hareketinden ve manyetizasyon dönmesinden kaynaklanmaktadır. Zayıf bir manyetik alan uygulanması ile domain duvar hareketi üretilir ve uygulanan alan boyunca yüksek manyetizasyona sahip olabilmesi için domain duvarı genişleme eğilimindedirler. Sonuç olarak çoğu domain uygulanan alan yönünde hizalanır ve uygulanan manyetik alana dik yönde bazı domeinler kalır. Manyetoempedans etkiyi anlamak için manyetik malzemenin geçirgenliğini yada alınganlığını dikkate almak gerekir. Özellikle numune üzerinden geçirilen ac akım frekansının düşük yada yüksek olması manyetoempedans eğrilerinde farklı davranışlara sebep olur. Bundan dolayı GMI üç farklı durum için genellikle incelenir. Bunlar; düşük frekans (Magneto-indüktans etki), orta frekans (Magneto-empedans etki), yüksek frekans (Ferromagnetik rezonans) [22,38].

2.5.1. Düşük Frekans Bölgesi

Düşük frekans bölgesinde, sürücü akım sadece zamana bağlı dairesel bir manyetik alan oluşturur [22]. Böyle bir alan dairesel bir manyetik akıya neden olur ve numune içerisinde oluşan indüksiyon voltajından dolayı boyuna bir elektrik alan ortaya çıkar. Yüzey etkisi az olduğunda, iletkendeki iç indüktans değişmesi nedeniyle toplam empedans da değişir. Zamanla değişen bir akım ferromanyetik bir telden geçirildiğinde telin uçları arasında bir ac voltaj (U_{ac}) oluşur. Toplam voltaj bir direnç voltajı (U_R) ve indüksiyon voltajının (U_L) kompleks toplamıdır.

$$U_{ac} = U_R + iU_L = R_{dc}I_{ac} + i\omega L_i I_{ac} \quad (36)$$

Burada R_{dc} , numunenin dc direncidir. Dış bir dc manyetik alan (H_0) uygulandığı zaman U_{ac} değerinde büyük bir değişime sebep olan hem manyetizasyonun dairesel bileşeni hem de dairesel geçirgenliği değişir. Numunenin kompleks empedansı, U_{ac} ve I_{ac} sürücü akım arasındaki oran olarak tanımlanır ve Eş. 37 ile verilir.

$$Z = \frac{U_{ac}}{I_{ac}} = R_{dc} + iwL_i \quad (37)$$

Çok düşük frekanslarda, empedansın alana bağlılığı sadece dairesel geçirgenlikle $\mu\phi$ (I_{ac} , H_0 ve f) orantılı olan indüksiyon kısmına bağlı olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Bu nedenle çok düşük frekanslarda malzemenin empedansındaki değişimi yalnızca dairesel manyetizasyon süreci ile ortaya çıkan manyetik indüksiyon etkisi ile açıklanmıştır [38].

2.5.2. Orta Frekans Bölgesi (Magneto-empedans etki)

Yüzey derinliği δ , numunenin çapı ya da kalınlığına yakın ya da daha büyük olduğunda (genel olarak frekans aralığı birkaç MHz) numunede büyük bir empedans değişimi meydana getirir. Empedans yüzey derinliği ile ve enine geçirgenliğin kareköküyle ters orantılıdır. Bu parametreler uygulanan alan ile kontrol edilmektedir. Bu değişim kompleks empedansın hem reel hem de sanal kısmında değişiklik meydana getirir. Çoğunlukla bu değişim empedansın dc direnç bileşeninden kaynaklanmaktadır. Yüzey etkisi, akımın malzeme yüzeyinin yakınından akmasını sağlar, malzemenin enine kesit alanını azaltır ve dolayısıyla empedansın direnç bileşeninde artışa yol açar. İnce film numuneler için yüzey derinliği empedansa bağlılığı Eş.38, 39' da verildiği gibidir [22].

$$Z = R_{DC} \cdot \frac{kt}{2} \cdot \coth\left(\frac{kt}{2}\right) \quad (38)$$

$$k = k = \frac{i+1}{\delta} \quad (39)$$

Burada, t numunenin kalınlığı, δ ise yüzey derinliğidir. Uygulanan dış manyetik alan geçirgenliği değiştirmektedir. Bu değişim yüzey derinliği boyunca toplam empedans değişikliği ile yansıtılır. Dolayısıyla uygulanan dc manyetik alanın geçirgenliğe bağımlılığı, GMI davranışını anlamak için oldukça önemlidir. Bu süreçte domain yapısı ve manyetik anizotropi önemli rol oynamaktadır. Toplam geçirgenlikteki değişiklik domain duvar hareketi ve manyetik dönmeden kaynaklanır.

$$\mu_t = \mu_{tror} + \mu_{tdw} \quad (40)$$

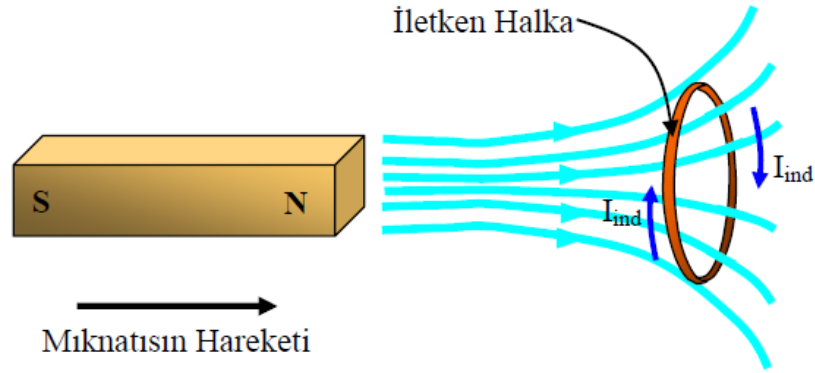
Burada, μ_{tror} ve μ_{tdw} etkili enine geçirgenliğe uygun gelen katılardır. Oldukça düşük frekanslarda (1MHz değerinden daha düşük) enine manyetizasyon sürecine her iki parametrenin katkısı vardır. Daha yüksek frekanslarda, domain duvar hareketi eddy akımları tarafından kuvvetlice baskılanır ve bundan dolayı manyetizasyon yönelimi etkin olur.

2.5.3. Yüksek frekans rejimi (Ferromagnetik rezonans)

Ferromanyetik rezonans (FMR) yüksek frekanslarda gözlenir, burada yüzey derinliği genellikle iletken kalınlığından (yada çapından) daha küçüktür [38].

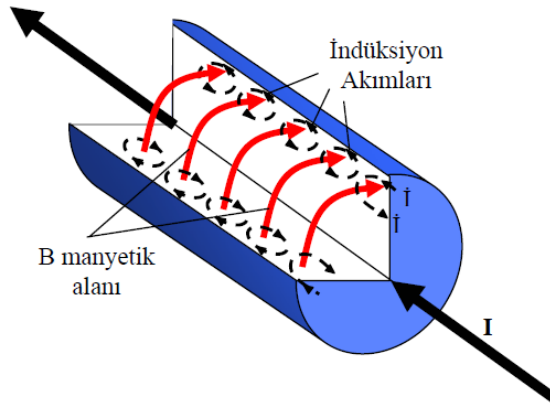
2.6. YÜZEY ETKİSİ

Düşük frekanslı ac akım ya da dc akım taşıyan bir iletken, iletkene radyal simetride oluşan bir dış alan meydana gelecektir. Oluşan bu simetrik alan, iletken içinde akımın iletken boyunca homojen dağılım göstermesini sağlar ve akım tüm iletken boyunca yayılım gösterir. Akı homojen olduğu için yüzey etkisi ihmal edilir. Bu nedenle yüzey etkisi ancak yüksek frekanslarda göz önüne alınır. Değişen manyetik alan metal halkada Faraday yasası gereğince bir indüksiyon akımı meydana getirir. Ortaya çıkan indüksiyon akımı Lenz yasasına göre kendini meydana getiren nedene karşı koyacak yöndedir [22,38]. Böylece indüksiyon akımı kendini meydana getiren manyetik akıyı (ve manyetik alanı) azaltan bir manyetik alan oluşturur (Şekil 41).



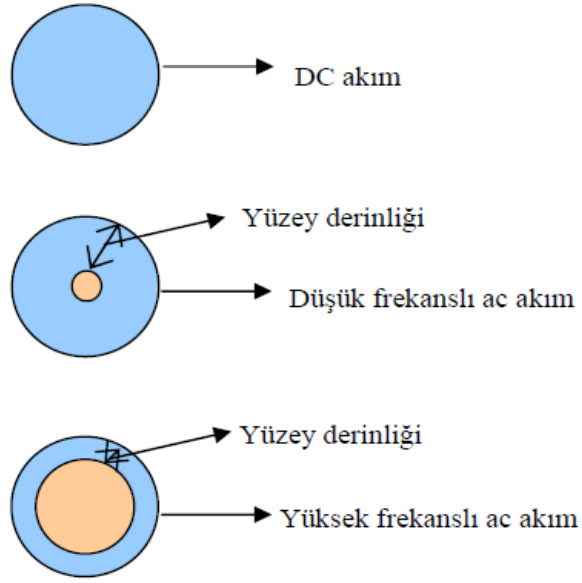
Şekil 2.38. Değişen bir manyetik alan ile ortaya çıkan indüksiyon akımı [22].

Yüksek frekanslarda iletken içerisinde akım hızlı bir şekilde yön değiştirir. Bu hızlı akım değişimi iletken içinde manyetik akı değişimlerine neden olur ve böylelikle iletken içinde bir indüksiyon akımı üretilir. Faraday kanuna göre meydana gelen bu indüksiyon akımı, manyetik akı değişim ($d\phi/dt$) hızı ile orantılıdır. Ortaya çıkan indüksiyon akımı, yüzeye yakın bölgelerde akıma katkı getirirken, iletken merkezindeki akıma karşı koyacak yöndedir (Şekil 2.39).



Şekil 2.39. Üzerinden bir I akımı geçen bir iletkende indüksiyon akımının dağılımı [22].

Sonuç olarak yüksek frekanslı ac akım iletkenin yüzeyinde geçerek iletkenin etkili kesit alanını azaltacak ve akım yoğunluğu artacaktır. Şekil 2.40, dc akım, düşük frekanslı ac akım ve yüksek frekanslı ac akım durumlarında akımın iletken boyunca yayılımını göstermektedir.



Şekil 2.40. DC akım, düşük frekanslı ac akım ve yüksek frekanslı ac akımın iletkenin kesit alanı boyunca dağılımı [22].

İletken içerisinde elektriksel iletkenliğin ne kadar uzaklıkta oluştuğunun bir ölçüsü yüzey derinliği olarak ifade edilir ve yüzey derinliği frekansın bir fonksiyonudur. Yüzey etki tesirinin ihmal edildiği oldukça düşük frekans değerlerinde, MI etki indüktansdaki değişimden dolayı ortaya çıkar. Düşük frekans değerlerinde (<100 kHz) empedansın değişimi yalnızca manyeto-indüksiyon etkisine bağlıdır. Bu durumda değişken akım, numunenin uçları arasında bir potansiyel fark oluşturacaktır. Manyetizasyon değişimi ek bir voltaj katkısına yol açar (V_L). Ortaya çıkan bu ek voltaj manyeto-indüksiyon voltaj olarak adlandırılır. Sinüsel değişken akım taşıyan bir iletken için yüzey derinliğinin geçirgenliğe bağlı ifadesi Eş. 41'de verildiği gibidir.

$$\delta = \left(\frac{1}{\mu_0 \mu \sigma \pi f} \right)^{1/2} \quad (41)$$

Burada f , akımın frekansı, σ , malzemenin iletkenliği ve μ , geçirgenliktir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. ELEKTROKİMYASAL NANOTEL ELDE ETME YÖNTEMİ

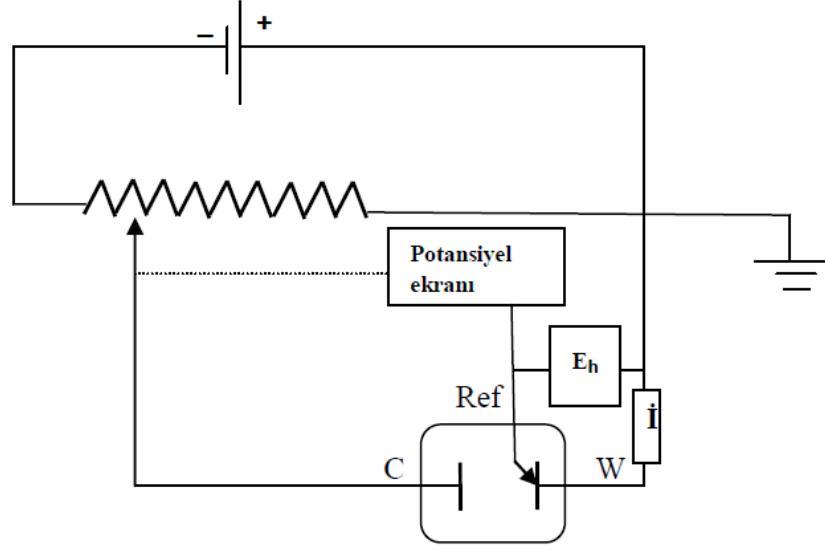
Elektrokimya elektrik enerjisi üreten ve harcayan indirgenme-yükseltgenme reaksiyonlarını inceleyen bilim dalıdır. Elektroliz yöntemleri potansiyel ve akım kontrollü olmak üzere ikiye ayrılır. Akım kontrollü elektrolizde, elektroliz boyunca azalan madde derişimine rağmen akımın sabit olması uygulanan potansiyelin arttırılmasıyla gerçekleşmektedir. Potansiyel kontrollü elektrolizle toplanma tekniğı devamlı elektron değışimi gerektiren durumlarda üstünlük sağlamaktadır [39].

3.1.1. Elektrot Kinetiğı

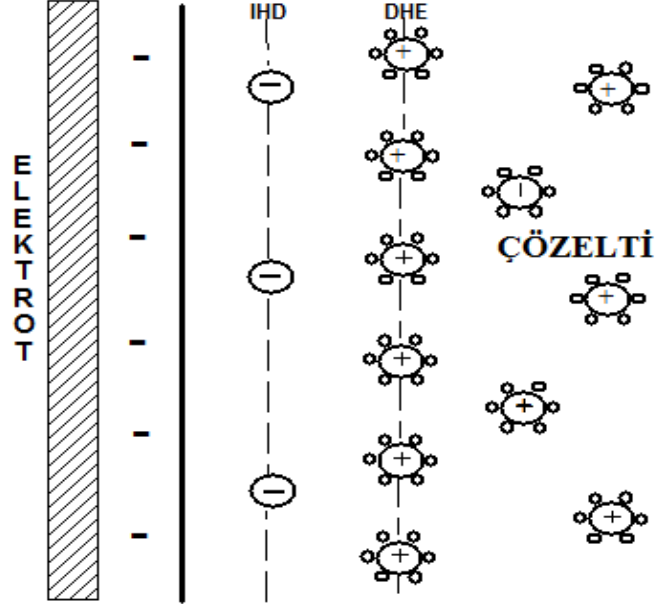
Elektrolite bir metal elektrodun daldırılması ve metalin negatif yükle yüklenmesi ile çözeltideki pozitif yüklü iyonlar elektroda doğru çekilir ve ara yüzeyde bir $\Delta\phi$ iç potansiyel farkı ve bir elektriksel alan oluşur. Benzer şekilde, çözeltiyle temas halinde olan ikinci elektrot için de bu geçerlidir. Ters işaretli yüklerin böylece ara yüzeyin iki tarafında birikmesi ile bu bölgede bir elektriksel çift tabaka oluşur. $\Delta\phi$ potansiyel farkı bu geçiş bölgesi "elektriksel çift tabaka" olarak tanımlanır ve tüm elektrokimyasal reaksiyonların meydana geldiğı yüksek gradiyent bölgesi ($\sim 10^6$ V) bu bölgededir. Çift tabaka iki bölgeye ayrılır. Elektroda yakın olan bölgede çözücü molekülleri ve seçimli olarak yüzeye tutunmuş iyonlar bulunur. Şekil 3.2'de gösterildiğı gibi iç Helmholtz (IHD) tabakası olarak adlandırılan bölgede çözücü molekülleri ile sarılmamış iyonlar yüzeye tutunmuş halde bulunurlar [39].

Potansiyostat bir referans elektroda (Ref) göre elektroliz hücresinin anot veya katodunun potansiyelini kontrol eden alettir. Potansiyeli kontrol edilen elektrot çalışma elektrodu (W). Devreyi tamamlayan elektrot karşı elektrottur (C). Referans elektrottan ise hiçbir akım geçmemelidir. Dolayısıyla kutuplanma olmasına izin verilmemelidir. Çalışma ve yardımcı elektrot arasına uygulanan gerilim (E_h), iki yüzey arasındaki potansiyel farkının ve yüzeyler arasındaki (çözelti içindeki) gerilim düşmesinin (iR) toplamıdır. Çözelti direncindeki ya da elektrot ara yüzeylerindeki empedanstaki herhangi bir değışiklik bu potansiyel farkına etki eder. Çalışma elektroduna göre referans elektrodun potansiyelinin sabit tutulması amacıyla

uygulanan gerilimin (E_h) bu etkiyi yok edecek yönde ayarlanması gerekmektedir. (Şekil 3.1) [39].



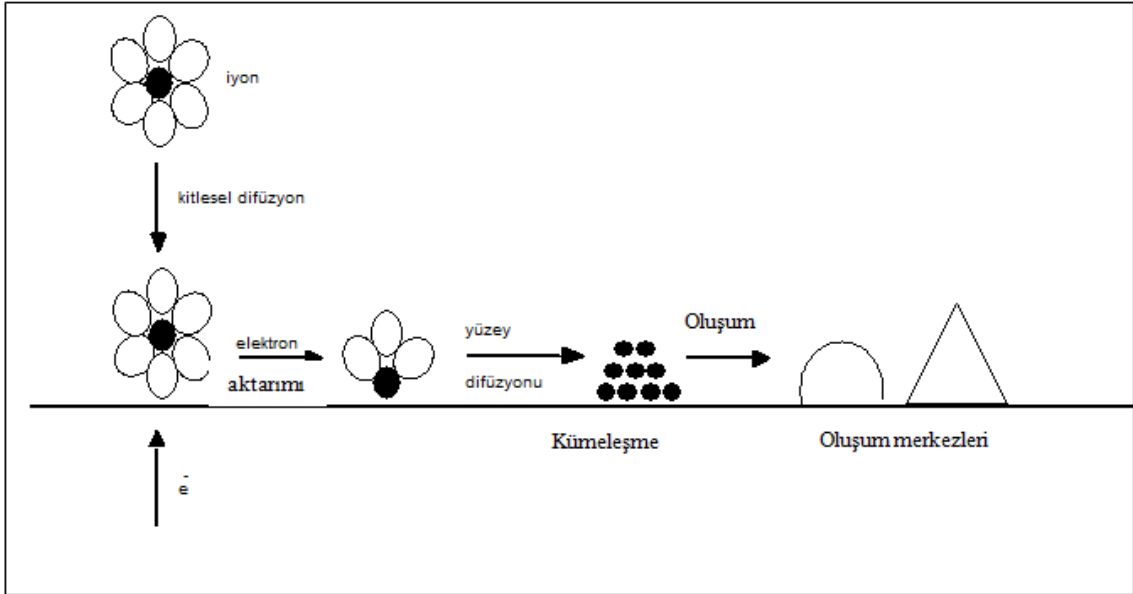
Şekil 3.1. Üç elektrotlu bir hücrede potansiyel değişiminin sistematik gösterimi [39]



Şekil 3.2. Çift tabakanın yapısı [39].

Ara yüzeyin çözeltiye doğru olan iç kısmında ise çözelti molekülleri ile sarılmış ve elektrot yüzeyinde biriken yükün tersi olan yüklü anyon veya katyonlar yer alır. Bu bölgeye de dış Helmholtz (DHE) tabakası denir. Metal yüzeyi ile dış Helmholtz yüzeyi arasında kalan ve bir potansiyel farkının bulunduğu bölge olarak bilinen kapasitörlerle aynı özelliği taşır ve genellikle "çift tabaka kapasitansı" olarak bilinir.

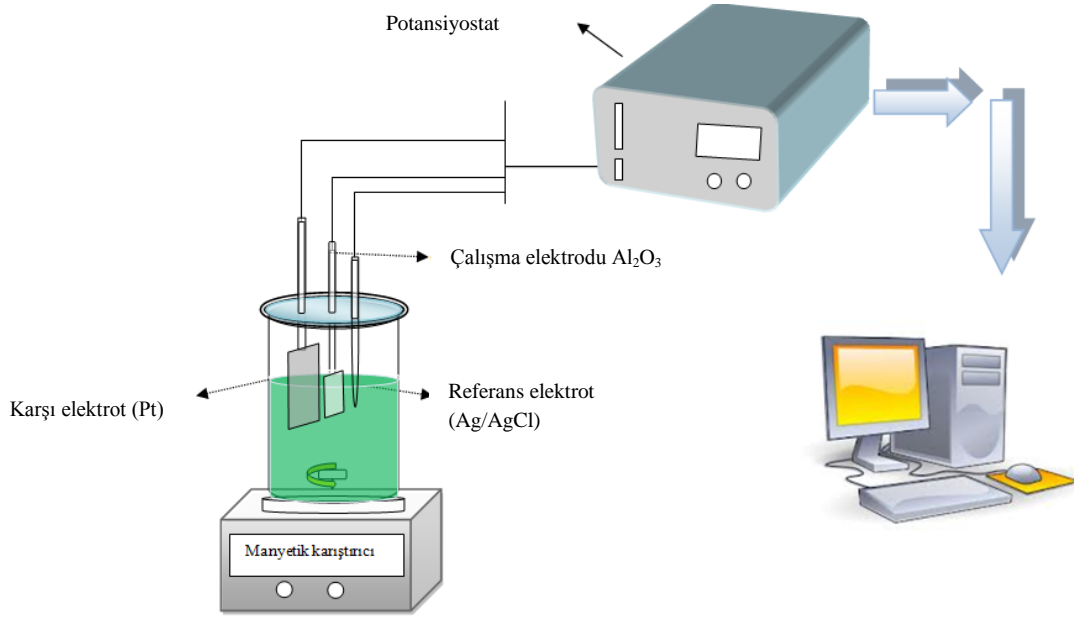
Bir elektrot yüzeyinde elektrokristalleşme aşağıdaki basamakları kapsadığı düşünülmektedir (Şekil 3.3) [39,40]. Bunlar; elektrot arayüzeyine çözültedeki iyonların difüzyonu, elektron aktarımı, elektrot yüzeyi kenarındaki tüm çözülmüş iyonların, elektrot yüzeyinde indirgenerek iyonların yüzeye tutunması, yüzeye tutunan atomların yüzey difüzyonu, yabancı bir taban ya da düzgün bir yüzey üzerinde çekirdeği oluşturmak üzere yüzeye tutunan atomların kümeleşmesi, örgü kenarlarında yüzeye tutunmuş atomların birleşmesi, kristalografik büyüme ve filmlerin yüzey karakteristiklerinin oluşması.



Şekil 3.3. Taban üzerine elektrokristalleşme adımları [39].

3.1.2. Potansiyostat Sistemi

Bir elektrokimyasal hücrede elektrot ve çözelti arasındaki potansiyel farkın kontrol edilmesinde kullanılan sisteme potansiyostat sistemi denilmektedir. Potansiyostat çalışma elektrodu ile referans elektrodu arasındaki potansiyel farkını ölçen bir alettir.

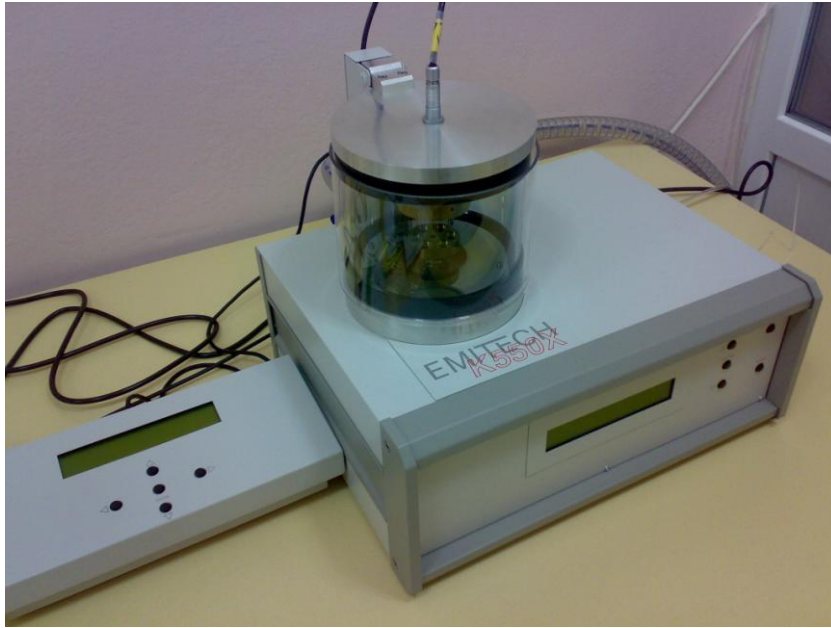


Şekil 3.4. Elektrokimyasal sistem ve üç elektrotlu hücre.

Potansiyeli kontrol edilen elektroda çalışma elektrodu, devreyi tamamlayan elektrotu karşı elektrot, üzerinden akım geçmeyen ve sistemdeki potansiyelin kontrol edilmesinde kullanılan elektroda ise referans elektrot denir. Deneyleerde Iviumstat marka potansiyostat sistemi kullanılmıştır (Şekil 3.4). Kullanıldığımız elektrokimyasal hücre 8,5 cm boyunda, 5,4 cm çapında pyreks camdan yapılmıştır. Elektrotların düzgün bir şekilde yerleştirilmesi için hücrenin iç çap boyutlarıyla aynı özelliklere sahip teflon kapak kullanılmıştır (Şekil 3.4).

3.1.3. Elektrotların Hazırlanması

Denelerimizde çalışma elektrotu olarak 200 nm çapında nanogözeneklere sahip, et kalınlığı 60 μm Al_2O_3 tabanlar kullanılmıştır. Kullandığımız Al_2O_3 tabanları Emitech K550X (Şekil 3.5) marka cihaz kullanılarak iletkenliği sağlamak amacıyla 100 nm altın ile kaplanmıştır. Karşı elektrot olarak $2.5 \times 2.5 \text{ cm}^2$ alanlı platin elektrot kullanılmıştır. Deneilerde kullandığımız referans elektrot Ag/AgCl (BAS 3M NaCl, ve SCE ye göre -35 mV) dur.



Şekil 3.5. Emitech K550X marka kaplama cihazın resmi.

3.1.4. Çözelti Hazırlanması

Elektrokimyasal olarak NiFe ve CoNiFe nanotelelleri üretmek için, %99.99 saflıkta $\text{Ni}(\text{SO}_4) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, H_3BO_3 , NaCl ve $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ kimyasalları kullanıldı. Bu kimyasalların tartımı 0,1 mg hassasiyete sahip Precisa XB220A marka hassas terazi kullanılmıştır. Çözeltiler 15 M Ω dirence sahip Milipore Elix20 cihazından alınan deiyonize su ile hazırlanmıştır.

3.1.5. pH Ölçümü

Hazırlanan çözeltilerin pH ayarlaması ise Şekil 3.6' da görülen Jenway 3520 pH metre kullanılarak yapılmıştır. pH değeri, mikropipet aracılığıyla 0,1M HCl ve 0,1M NaOH' nın çözeltiye damlatılması ile istenilen değere ayarlanmıştır.



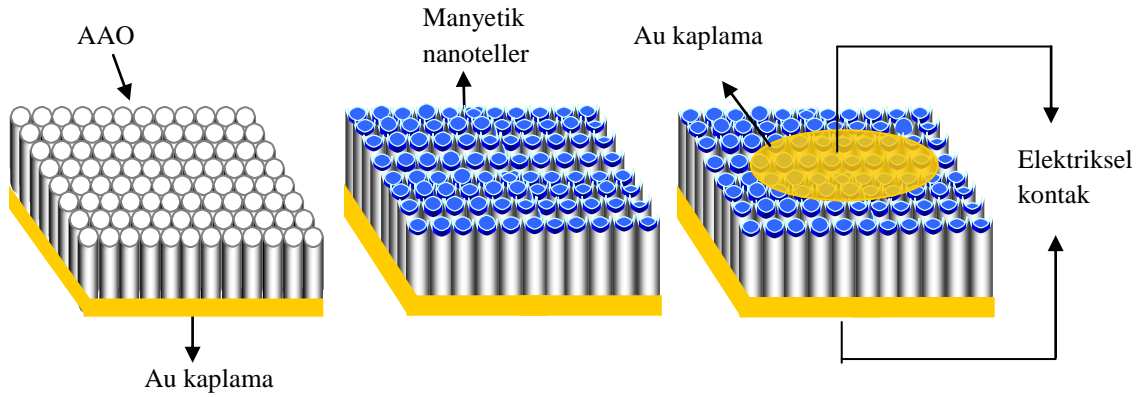
Şekil 3.6. Jenway 3520 pH metre.

3.2. ELEKTRİKSEL KONTAK OLUŞTURMA

Ürettiğimiz manyetik nanotellerin empedans özelliklerinin incelenmesi için elektriksel kontak yapılmıştır. Gözenekli Al_2O_3 taban içerisinde üretilen nanotellere elektriksel kontak yapılmadan önce polişleme işlemi gerçekleştirildi. Polişleme işlemi Şekil 3.7' de gösterilen Remex markalı cihazla yapılmıştır. Nanotel düzenlerinin arka kısmı zaten önceden elektrot olarak kullanılmak üzere Au ile kaplanmıştı. Polişlenen kısımdan da kontak alabilmek için, yine 2-3 mm çapında bir bölge üzerine Au kaplanmıştır. Böylece malzemenin ön ve arkasına daha önce kaplanmış Au bölgelerden çok ince tellere gümüş boya yardımıyla elektriksel kontaklar alındı. Yapılan kantağın şematik gösterimi Şekil 3.8' de verildiği gibidir.



Şekil 3.7. Remex marka polişleme cihazın resmi.

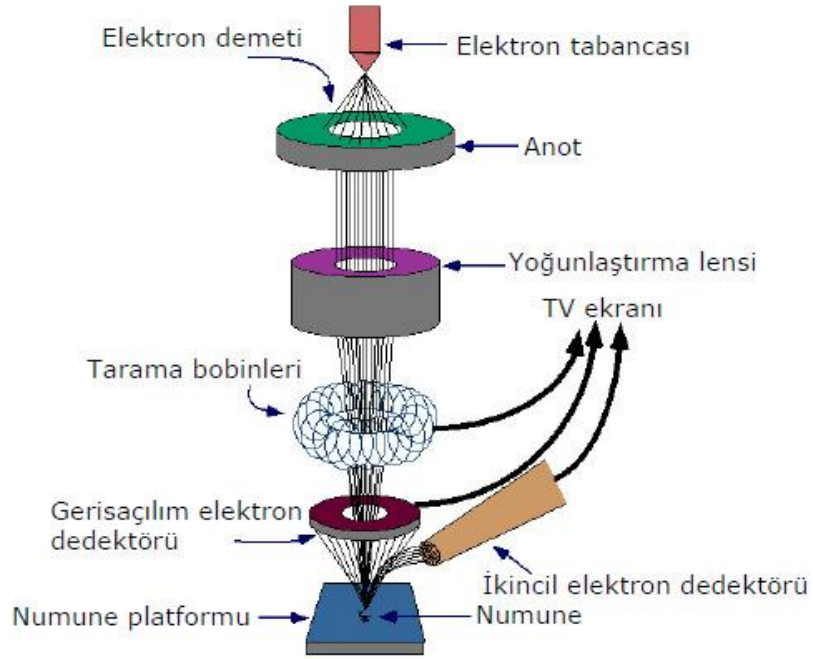


Şekil 3.8. Elektriksel kontakın şematik gösterimi.

3.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM), Tungsten, Lantan hekza borit La(BL)₆, katottan veya alan emisyonlu (FEG) uç'dan ortaya çıkan elektronların, incelenecek malzeme yüzeyine gönderilmesi sonucu oluşan etkileşimlerden yararlanılması esasına dayanır. Yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden

geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Bunlardan ilki, gelen elektron demetindeki elektronların, malzemedeki atomlarla yapmış olduğu elastik olmayan çarpışma sonucu (numune yüzeyindeki atomlardaki elektronlara enerjilerini transfer ederek) ortaya çıkan ikincil elektronlardır. Bu elektronlar numune yüzeyinin yaklaşık 10 nm'lik bir derinliğinden ortaya çıkar ve enerjileri en fazla 50 eV civarındadır. İkincil elektronlar foto çoğaltıcı tüp yardımıyla toplanıp, yüzey görüntüsü elde edilir. Şekil 3.9' da taramalı elektron mikroskobunun şematik gösterimi verilmiştir [41].



Şekil 3.9. JEOL JSM-7001F SEM cihazının şematik gösterimi [41].

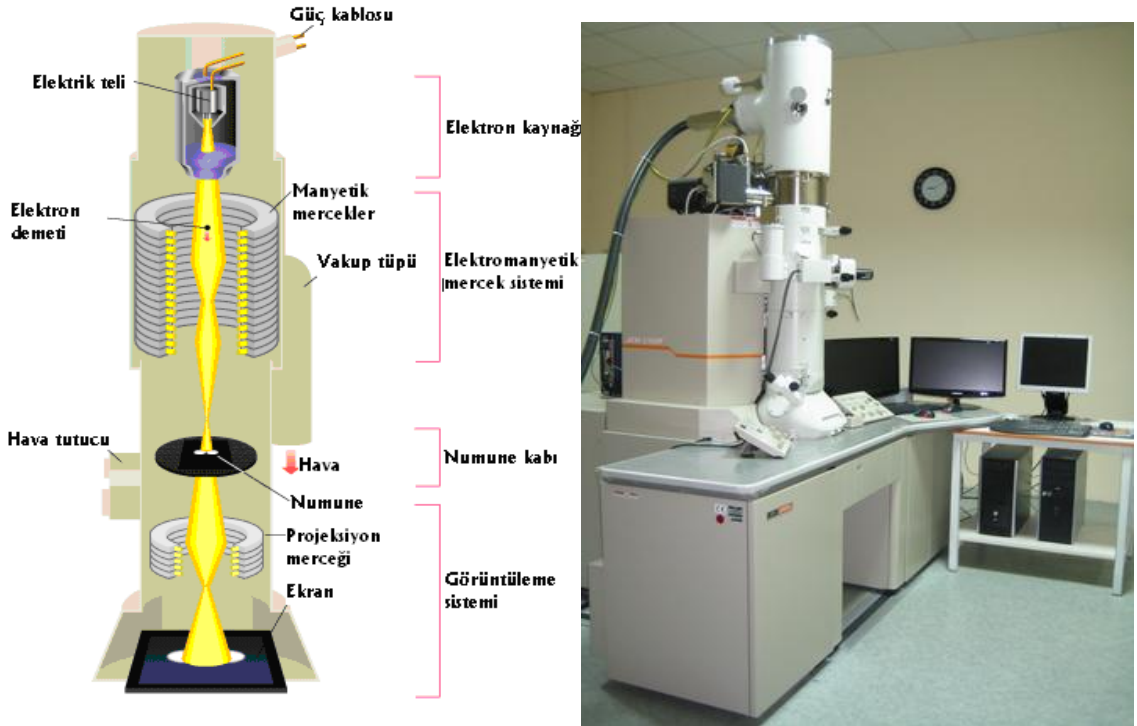
3.4. EDX Analiz Yöntemi

EDX sistemi, elektron mikroskobundan numune yüzeyine gönderilen elektronların numunenin atomlarıyla etkileşmesi sonucu farklı dalga boylarında X-ışını saçılması prensibine göre çalışmaktadır. Numunenin yüzeyine yüksek enerjili elektronlar çarptığında bu çarpışmalardan dolayı, numune yüzeyinden bazı elektronlar kopar. Eğer bu elektronlar içteki (çekirdeğe yakın) orbitallerden koparılmışlarsa atomlar kararlıklarını kaybederler. Tekrar karalı hale gelebilmek için dış orbitallerdeki elektronlar iç orbitallerdeki boşlukları doldururlar. Dış orbitallerdeki elektronların enerjileri iç orbitallerdeki elektronların enerjilerinden

daha yüksek olduğu için, dış orbital elektronları iç orbitalleri doldururken belli bir miktar enerji kaybetmek zorundadırlar. Bu kaybedilen enerji X-ışını şeklinde ortaya çıkar. Farklı dalga boylarındaki X-ışınlarının algılayıcı tarafından yakalanarak, bir yazılım tarafından işlenmesi prensibine dayanmaktadır [40].

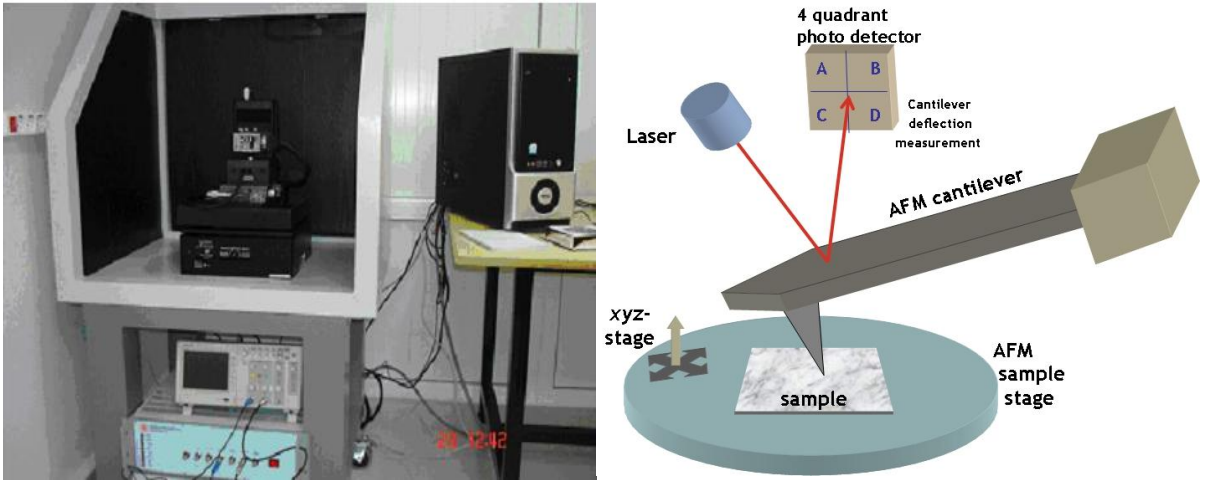
3.5. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM)

Geçirimli elektron mikroskobu (TEM), atom seviyesinde görüntü elde edebilen hassas bir yöntem ve cihazdır. Bu yöntemin SEM' den farkı, TEM' de elektron demetinin malzemenin içinden geçerek yol almasıdır. Elektron demeti kaynaktan yayıldıktan sonra mercekler aracılığı ile numuneye odaklanır. Numuneye gelen elektron demeti malzemenin içinden geçerek malzemenin yapısı ile ilgili görüntü oluştururlar. Görüntü bir ekranda veya foto grafik levhada elde edilir. Elektronlar çok kolay yollarından sapabileceklerinden, bütün işlem ve görüntünün elde edilmesi tamamen bir vakum içerisinde gerçekleştirilir [42].



3.6. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)

1980' lerde geliştirilen atomik kuvvet mikroskobu, yüzey morfolojisini belirlemede kullanılmaktadır. Atomik boyutlara kadar sivriltilmiş bir iğne ucu yardımıyla, yüzeyin yüksek çözünürlükte, üç boyutlu görüntülenmesi sağlanır. Görüntüleme işlemi, iğne ucunun yüzey ile etkileşiminin incelenmesi sonucunda gerçekleştirilir. Değişik amaçlar için farklı iğne uçları kullanılır. Taramalı kuvvet mikroskobunda üç farklı teknik kullanabilmektedir. Bunlar; iğnenin yüzeye temas ettirilerek uygulandığı temas yöntemi, iğnenin yüzeye temas etmediği temasız yöntem ve iğnenin yüzeye vurularak uygulandığı vurma yöntemidir. Örnek yüzeylerinin görüntülenmesi yanı sıra faz, elektrik iletkenlik ve manyetik farklılıklar da belirlenebilmektedir. Atomik kuvvet mikroskobu, uç ile yüzey atomları arasında oluşan kuvvetlere göre yüzey hakkında görüntü verir. Uç bir destek koluna bağlıdır. Atomik kuvvette anlatılmak istenilen, kullanılan ucun en uç atomu ile numune yüzeyindeki atom arasında oluşan kuvvettir. Uç genellikle silikon, silikon oksit, silikon nitrit malzemelerinden üretilmektedir. Üretiminde fotolitografik teknikler kullanılır [43]. Ölçümlerimizde Nanomanyetik marka AFM kullanılmıştır.



Şekil 3.11. a) Laboratuvarımızda kullanılan AFM sistemi **b)** AFM ucuna lazerle kuvvet uygulanması [43].

3.7. Titreşimli Numune Manyetometrisi

Titreşimli örnek magnetometresi (VSM) ile, incelenen malzemenin manyetik karakterini ortaya koyan manyetizasyon eğrisi deneysel olarak elde edilmektedir. VSM sistemi, güç kaynağı, kontrol panelleri gibi elektronik kısımlar ile örnek titreştirici, elektro mıknatıs ve bunlara bağlanmış bir bilgisayardan oluşur. Ayrıca elektro mıknatısa bağlı bir soğutma sistemi kullanılmaktadır. VSM sistemi manyetik alan altında numunenin titreştirilmesi, titreşen numunenin manyetik özelliklerine göre elektromıknatıs algılayıcı bobinlerde oluşan sinyalin analizi prensibine göre çalışır [40]. Manyetik ölçümlerde İzmir İleri teknoloji Enstitüsünde bulunan Lakeshore 7407 marka VSM sistemi ile üniversitemizde bulunan Quantum design-9T PPMS sisteminin VSM aparatı ile ölçümler alınmıştır (Şekil 3.12).

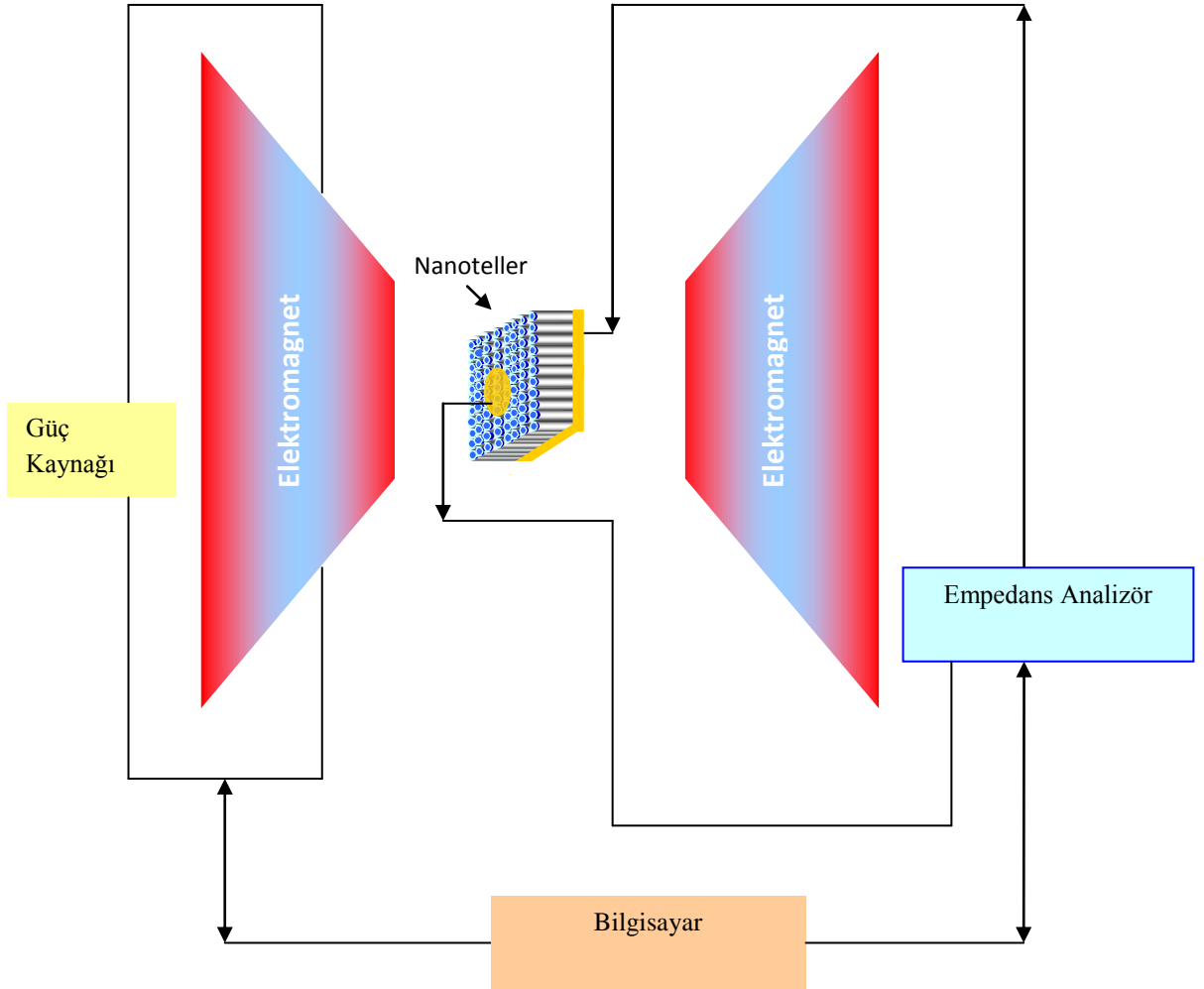


Şekil 3.12. VSM sistemi.

3.8. Manyetoempedans Ölçüm Sistemi

Numunenin empedansının manyetik alanla değişimini ölçen sistem Şekil 3.13'de verildiği gibidir. Deneysel sistemimizde Kepco bipolar güç kaynağı tarafından uygulanan akımla Helmholtz bobinleri içerisinde dc manyetik alan (H) oluşturulmuştur. Kepco güç kaynağının uygulayacağı voltaj (ya da akım) ayarlanarak

numuneye istenen manyetik alan uygulanabilmektedir. Uygulanan akım $-10A$ ile $10A$ ($\pm 40V$) arasında deęişebilmektedir. Bu da Helmholtz bobinleri arasında (veya solenoid içinde) maksimum $\pm 7800 A/m$ lik bir manyetik alan üretebilme kapasitesindedir. Numuneye iletken gümüş boya yardımıyla kontaklar yapılmış ve ölçüme hazır hale getirilmiştir. Numunenin uç noktalarına ac I akımı empedans analizör tarafından uygulanarak, numunenin empedans deęeri okunmuştur. Her manyetik alan deęeri için empedans 5-10 kez ölçülerek, empedansın ortalama deęeri bulunmuştur. Manyetik alan (-) maksimum alan deęerinden, (+) maksimum alan deęerine kadar istenen manyetik alan basamakları ile deęiştirilmiř ve her alan deęerinde empedans (Z) bulunarak, Z-H eęrisi elde edilmiştir.



Şekil 3.13. Manyetoeimpedans ölçüm sistemi.

4. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Çalışmamızda NiFe ve CoNiFe, nanoteller üretilerek bu nanotellerin manyetoempedans özelliklerinin ayrıntılı bir şekilde incelenmesi hedeflenmiştir. İlk olarak elektrokimyasal yöntemle nanoteller üretililerek, daha sonra üretilen bu nanotellerin manyetik ve morfolojik özellikleri incelenmiştir.

4.1. NiFe Nanotellerin Elektrokimyasal Olarak Üretilmesi

NiFe nanotelleri Tablo 1’ de verilen elektrokimyasal banyo parametreleri kullanılarak hazırlanmıştır. Çözeltinin iletkenliğini arttırmak için NaCl, çözelti pH değerinin deney boyunca sabit kalması için pH tamponu olarak H₃BO₃ kullanılmıştır. Deney sırasında hidrojen baloncuklarının oluşup, nanotellerin büyümesini engellememesi için ise çözeltiliye sodium lauryl sulfat (C₁₂H₂₅NaO₄S) eklenmiştir. Nanoteller ticari olarak temin edilen AAO gözenekli tabanlar kullanılarak üretilmiştir. Bu tabanlar kullanılmadan önce yüzeyde görünmeyen tozları, kirlilikleri ve oksitlenmiş gözeneklerin açılmasını sağlamak amacıyla, % 6 fosforik asit ve % 1,8 kromik asit çözeltisinde 10 dakika boyunca kimyasal sıyırma işlemine tabi tutulmuştur. AAO tabanlar saf su ile 10’ar dakika boyunca toplam 4 defa yıkandıktan sonra 60°C’ lik etüvde kurutulmuştur. Elektrot haline getirilecek bu tabanlarda iletkenliği sağlamak için tabanların arka yüzeyi 100 nm altın kaplanmıştır. Kaplanan altının yüzeye daha iyi tutunmasını sağlamak amacıyla AAO tabanlar 200 °C’ lik ısıtma işlemine tabi tutulmuştur. Tablo 1’de verilen kimyasal banyo ve konsantrasyonlar daha önceki çalışmalarımızdan belirlenmiştir [40].

Tablo1. NiFe nanotellerin üretiminde kullanılan elektrokimyasal banyo içeriği.

Çözeltide kullanılan kimyasallar	Konsantrasyon değerleri
Ni(SO₄).6H₂O	0.1 M
Fe(SO₄).7H₂O	5 mM
H₃BO₃	200 mM
NaCl	35 mM
C₁₂H₂₅NaO₄S	0.1 gr/lt
Depozisyon Parametreleri	
Kaplama Süresi	180 dk
pH	2.6
Çözelti Sıcaklığı	24 C
Karıştırma hızı	300 rpm

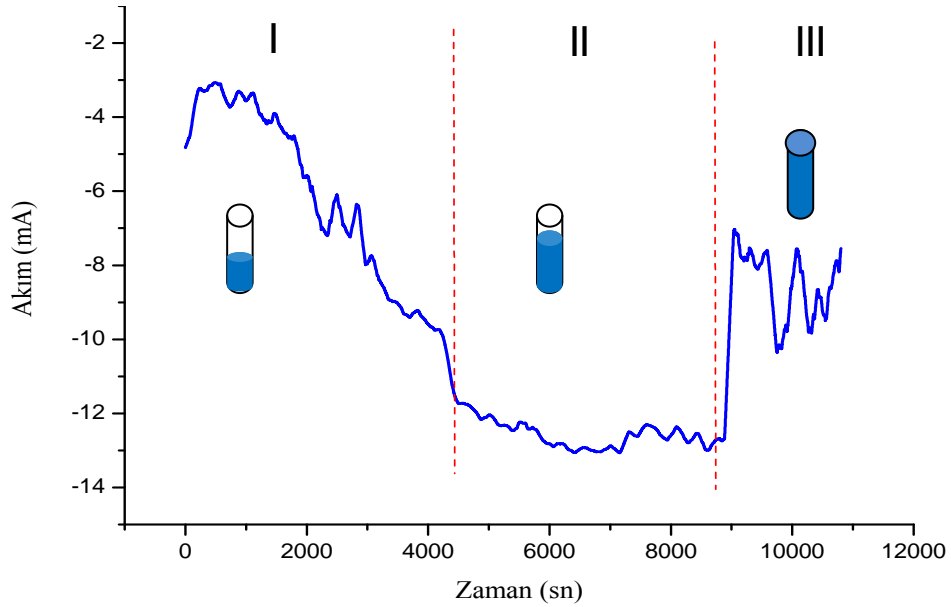
4.2. NiFe Nanotellerine Toplanma Potansiyelinin Etkisi

Bu kısımda elektrokimyasal olarak NiFe nanotellerin üretimine toplanma potansiyelinin etkisi araştırılmıştır. NiFe nanotelleri, daha önceki çalışmalar temel alınarak [40] ve çözelti pH'ı 2,6 ayarlanarak, Tablo 2’de verilen değişik sürelerde ve toplanma potansiyellerinde 100 nm kaplı iletken Al₂O₃ taban içerisinde üretilmiştir. Şekil 4.1’ de 3 saat süresince -2V toplanma potansiyeli altında üretilen nanotellerin akım-zaman grafiği görülmektedir. Şekil 4.2’ de ise -1 ile -2V aralığındaki farklı depozisyon potansiyellerde üretilen nanoteller için akım-zaman grafikleri verilmiştir.

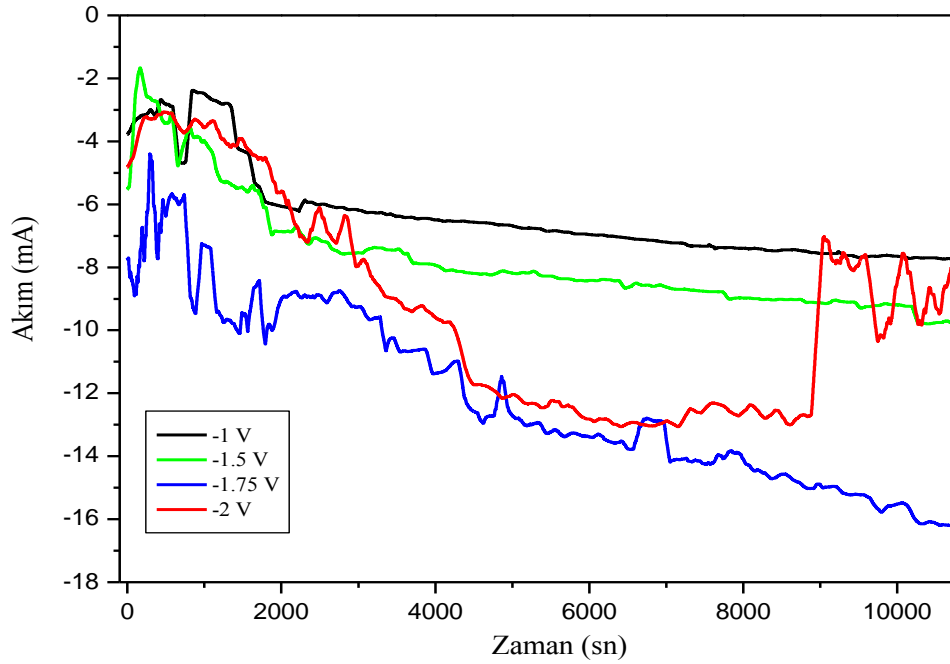
Tablo 2. NiFe nanotellerin üretilme şartları

NiFe	Depozisyon Potansiyeli (V)	Depozisyon Süresi (saat)
1	-1	46
2	-1.5	9
3	-1.75	6
4	-2	3

Tablo 1 ve Tablo 2’ de elektrokimyasal kaplama parametreleri için soft manyetik özellik gösteren $Ni_{80}Fe_{20}$ nanoteller üretilmesi amaçlandı. Üretilen nanotellerin çapları kullandığımız Al_2O_3 tabanların çaplarıyla sınırlı olup üretilen nanotel düzenlerinin boyları uygulanan süreyle doğru orantılı olarak artmıştır. Çözelti pH’ının üretilen nanotel düzenlerine etkisi ise daha önceki çalışmalarımızdan bilinmektedir [44, 45, 46].



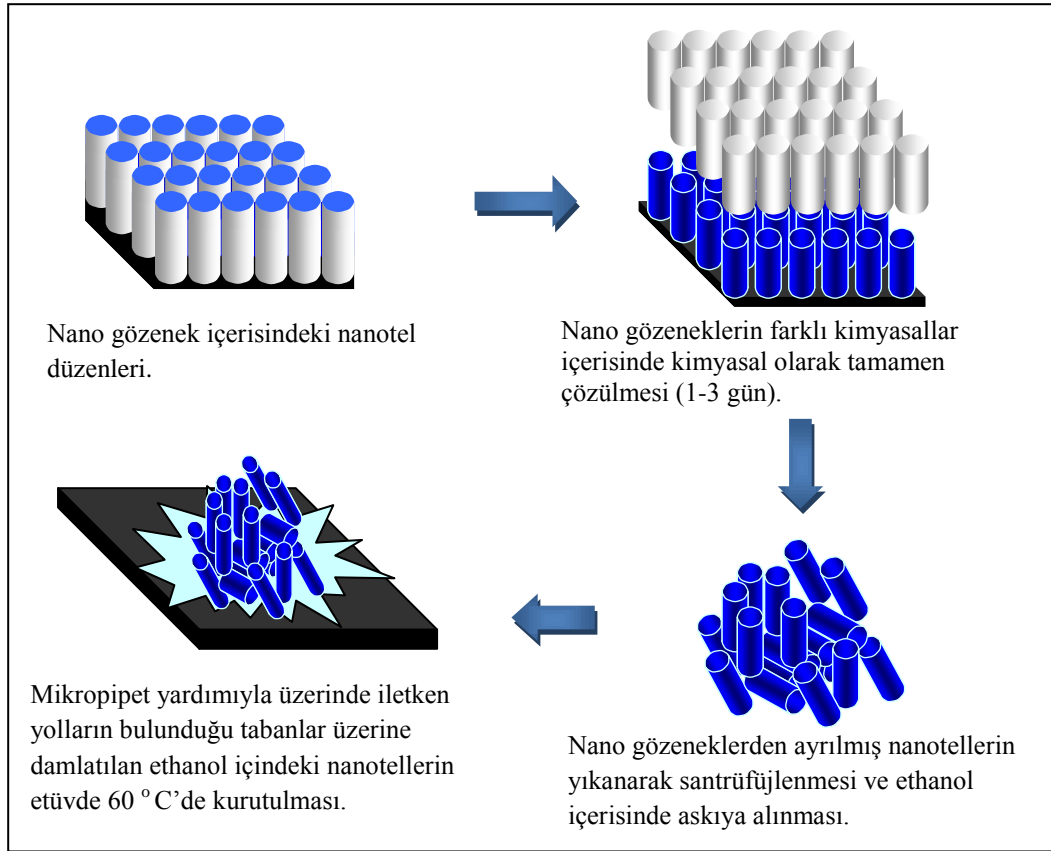
Şekil 4.1. 3 saat -2V’ da üretilen NiFe nanotellerin akım- zaman grafiği.



Şekil 4.2. 3 saat boyunca farklı potansiyellerde elektrokimyasal olarak üretilen NiFe nanotellerin akım- zaman grafiği.

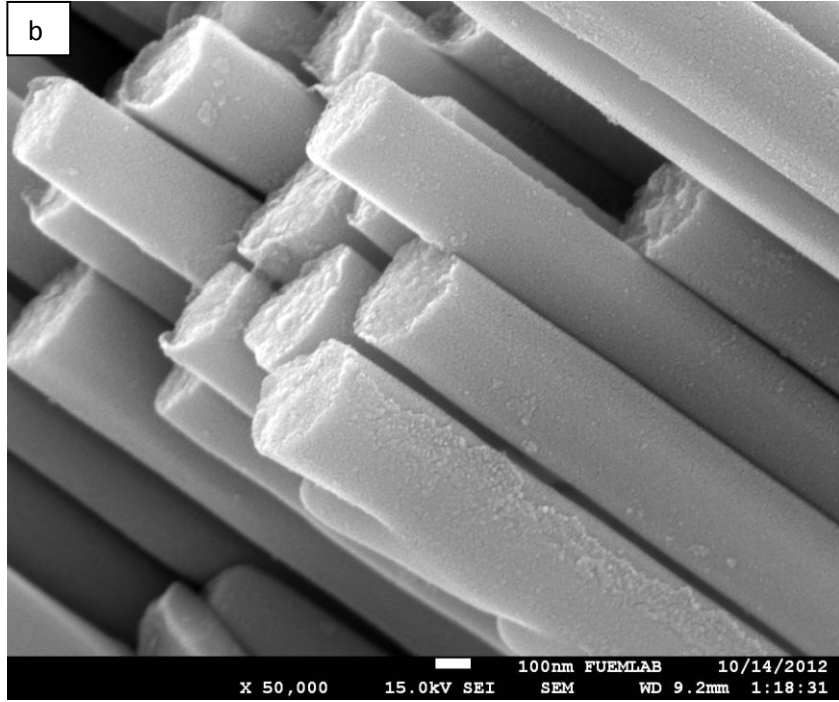
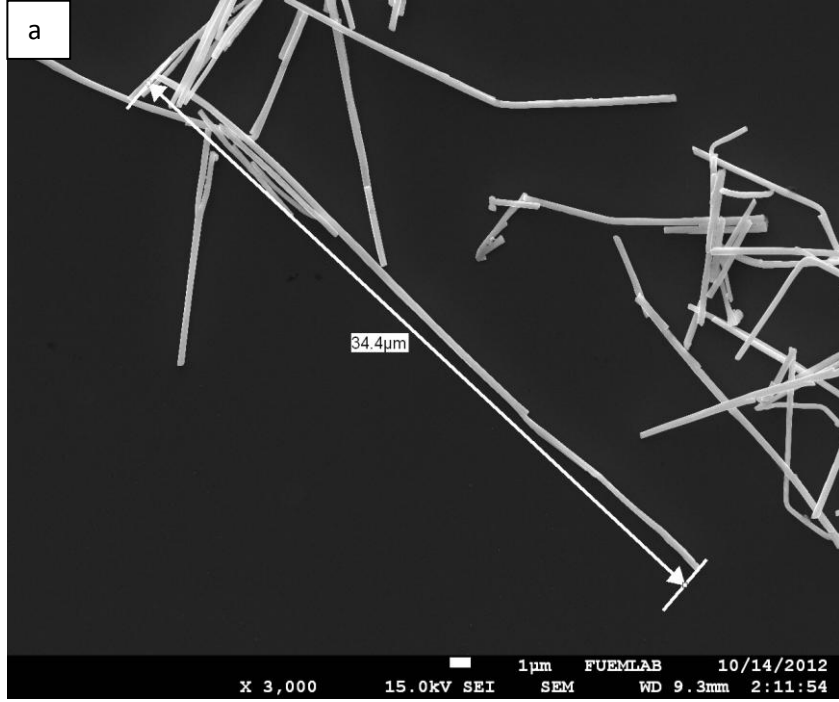
Şekil 4.1 ve 4.2' de ki akım zaman eğrilerine bakıldığında, nanotellerin oluşumunun ilk başlarında katoda uygulanan gerilimle akımda önemli ölçüde osilasyonlar meydana gelmiştir. Bu nanotel oluşumu sırasında gerçekleşen yan reaksiyonların kararlı bir olay olmadığını göstermektedir. Al_2O_3 tabanda gözenekler boşken akım aniden artmakta ve gözenekler yavaş yavaş dolmaya başlamaktadır. Akım zaman eğrisinin ilk aşamasında gözeneklerde yan reaksiyonlardan ileri gelen metal depozisyonu yer alır. Öncelikle depozitte yan reaksiyonlardan ileri gelen hidrojen oluşumu gerçekleşmektedir. Sonra yan reaksiyonların sonucu olarak pH yükselmesiyle metal hidroksit oluşumu meydana gelir. Bu metal hidroksitli yapı çok zayıf bir yapı olup, elektrokimyasal kaplama sırasında yapıda devamlılığı sağlanmaz. Bu etki akım zaman eğrilerinin ilk 10-30 dk. 'da görülen dalgalanma olarak karşımıza çıkar (I). Deneyin ikinci aşamasından itibaren nanogözenekler dolmaya başlamıştır. (II). Nanogözenekler 9000 sn sonra artık tamamen dolmuş olup (III), kaplamaya devam edilmesi durumunda 10800 saniyede akım-zaman grafiğinde ani bir azalma meydana gelmiştir (Şekil 4.1). Değişik potansiyel değerleri için yüzeyde oluşan yapının kararlılığı uygulanan potansiyel değerinin artmasıyla azalmıştır.

Özellikle -1.75 ve 2 V potansiyel değerleri için geçen akımda bir stabilizasyon kurulmadığı görülmüştür.

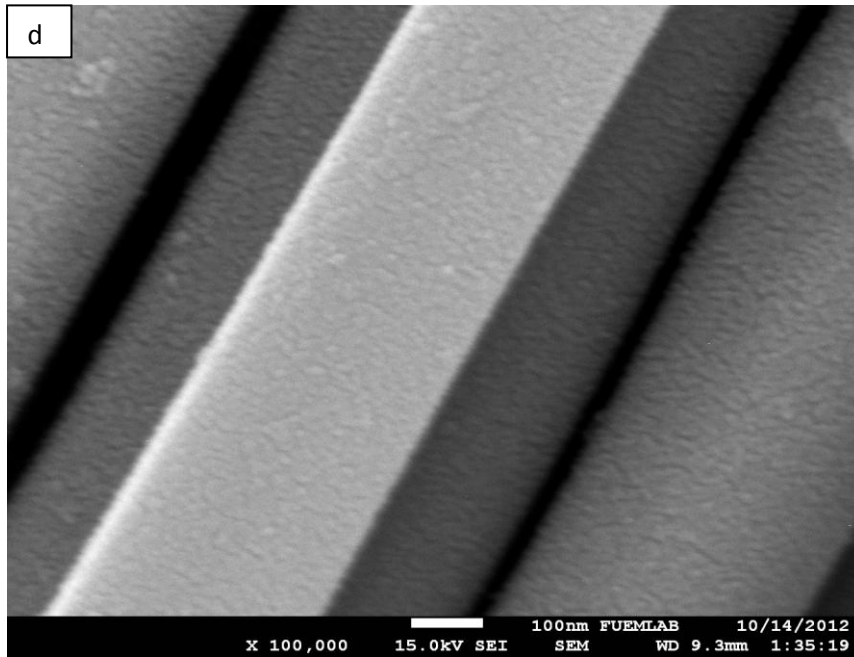
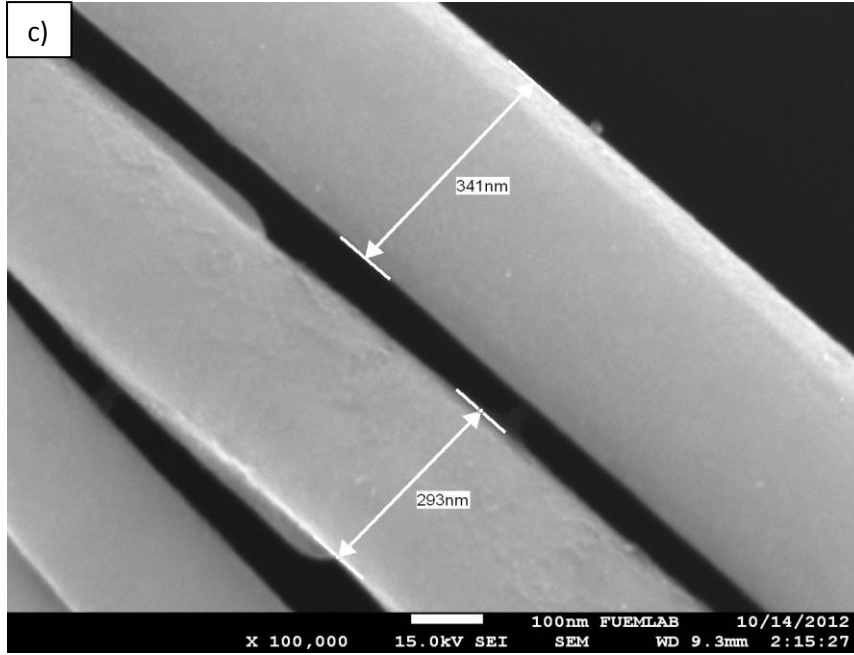


Şekil 4.3. Al₂O₃ nano gözenekli taban içerisinde bulunan nanotel düzenlerinin tabandan sökülmesi işleminin şematik gösterimi.

NiFe nanoteller yüzey özelliklerinin incelenebilmesi için, 1M NaOH içerisinde bekletilmiştir. Nanotellerin serbest kalabilmesini hızlandırmak için ultrasonik banyoda çözme işlemleri gerçekleştirilmiştir. NaOH, ardışık 4 kez santrifüjleme ve saf su ile yıkama işleminden sonra ortamdan uzaklaştırılmıştır. Tüp içindeki su alınıp, yerine ethanol konarak askıya alınmıştır. Askıdaki nanoteller mikro uçlu bir pipet yardımıyla, silisyum taban üzerine damlatılmıştır. Silisyum taban üzerindeki ethanol 60 °C’ de etüvde uçurulmuştur. Yıkama işlemi yapıldıktan sonra taramalı elektron mikroskopunda farklı büyütmelerde fotoğrafları çekilerek EDX nokta analizi yapılmıştır. Yapılan işlemin şematik gösterimi Şekil 4.3’ de verilmiştir.



Şekil 4.4 devam ediyor.



Şekil 4.4. AAO taban içerisindeki NiFe nanotel düzenlerinin 1M NaOH ile tamamen çözülmesi sonucunda elde edilen nanotellerin a) 3.000 b) 50.000 c) 100.000 d) 100.000 kat büyütmede ki SEM görüntüleri.

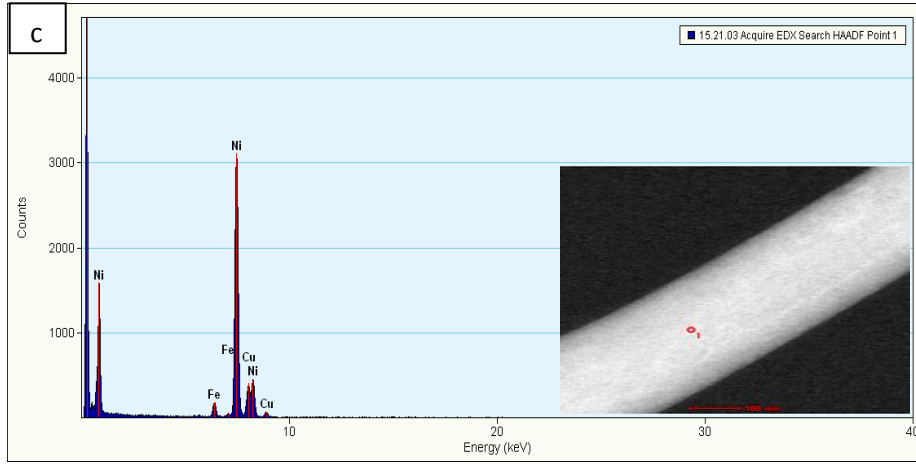
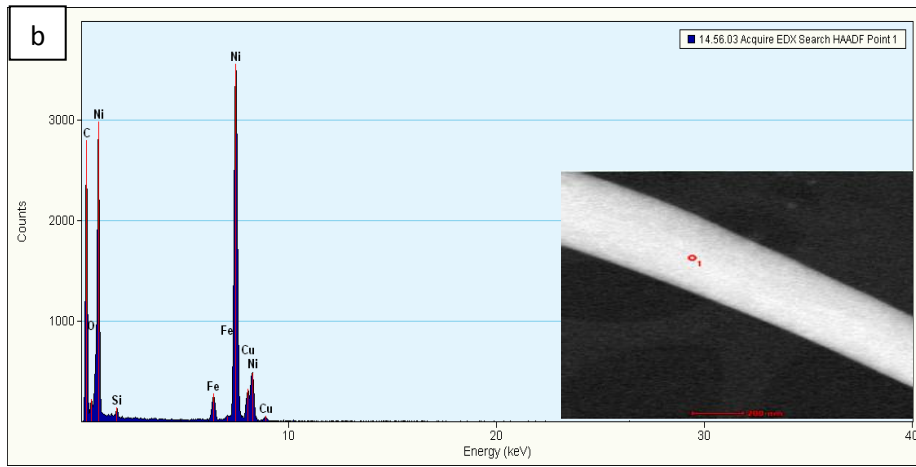
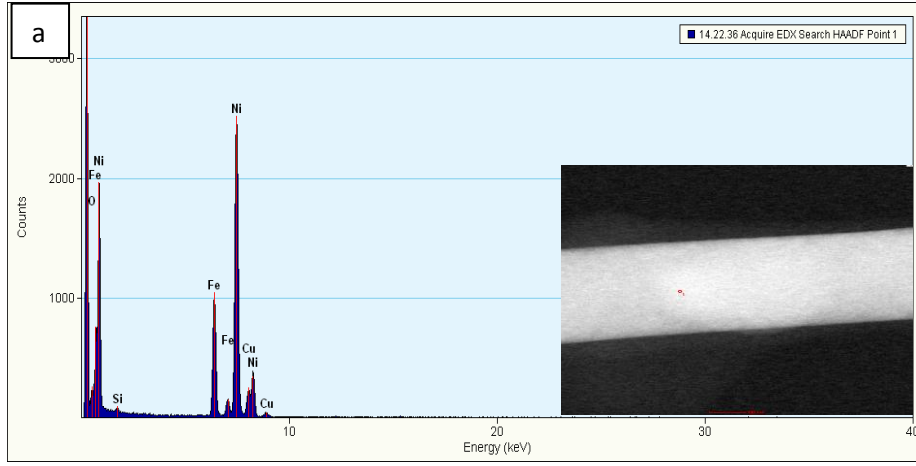
Şekil 4.4' de farklı büyültmelerde çekilen SEM fotoğraflarına yer verilmiştir. Nanotellerin boyu 15-35 μm ve kalınlıklarında 290-340 nm arasına değişmektedir

(Şekil 4.4a-c). Oluşan nanotellerin bazılarının Y şekillenimine sahip olduğu görülmektedir. Bu şekillenim Al_2O_3 tabanların üretim aşamasında uygulanan farklı potansiyellerin sonucu dallanmış yapı olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu yapılar nanoağaçlar olarak literatürde yerini almıştır [47]. Nano entegre devrelerde bağlantı elemanı olarak kullanılabilceğinden bahsedilmiştir. Tellerin bir ucunda görülen bu dallanmış yapı, diğer ucunda görülmemiştir. Şekil 4.5’ de farklı potansiyelerde üretilmiş nanotellerin, TEM çalışmalarından elde edilmiş EDX sonuçları görülmektedir. -1V’ luk potansiyel için kompozisyonun $Ni_{79}Fe_{21}$ olduğu belirlenmiştir. Tablo 3’ de görüldüğü gibi depozisyon potansiyellerinin artması ile nanoteldeki Ni oranı artmıştır. Bulunan bu sonuç nanotellerin büyümeye başladığı uç kısımlar için geçerlidir. Yapılan EDX işlemlerinden nanotel kompozisyonunun tel boyunca aynı olmadığı görülmüştür. Örneğin -1V potansiyel için telin bir ucundan diğer ucuna doğru gidildikçe Ni oranı artarken, Fe oranı azalmıştır.

Ren ve arkadaşları da, nanoteller için yaptıkları çalışmada tel kompozisyonunun ve de kristal yapısının telin başlangıç ve sonuç kısımları için farklı olduğunu bulmuşlardır [48].

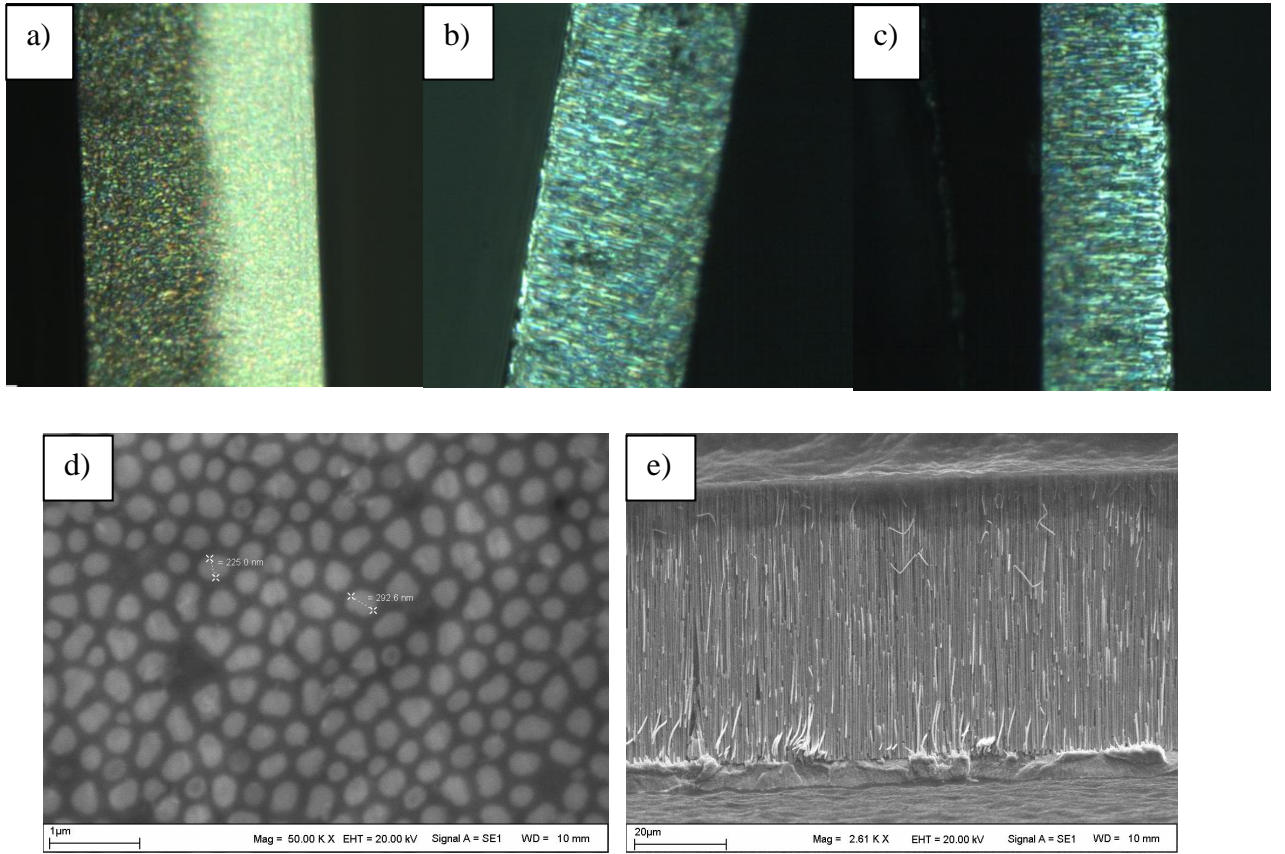
Tablo 3. Ürettiğimiz NiFe nanotellerin telin baş orta ve son kısımları için EDX sonuçları

Depozisyon potansiyeli (V)	Kompozisyon		
	Baş	Orta	Son
-1V	$Ni_{79}Fe_{21}$	$Ni_{70}Fe_{30}$	$Ni_{68}Fe_{32}$
-1.5V	$Ni_{95}Fe_5$	$Ni_{98}Fe_2$	$Ni_{98}Fe_2$
-2V	$Ni_{96}Fe_4$	$Ni_{96}Fe_4$	$Ni_{97}Fe_3$

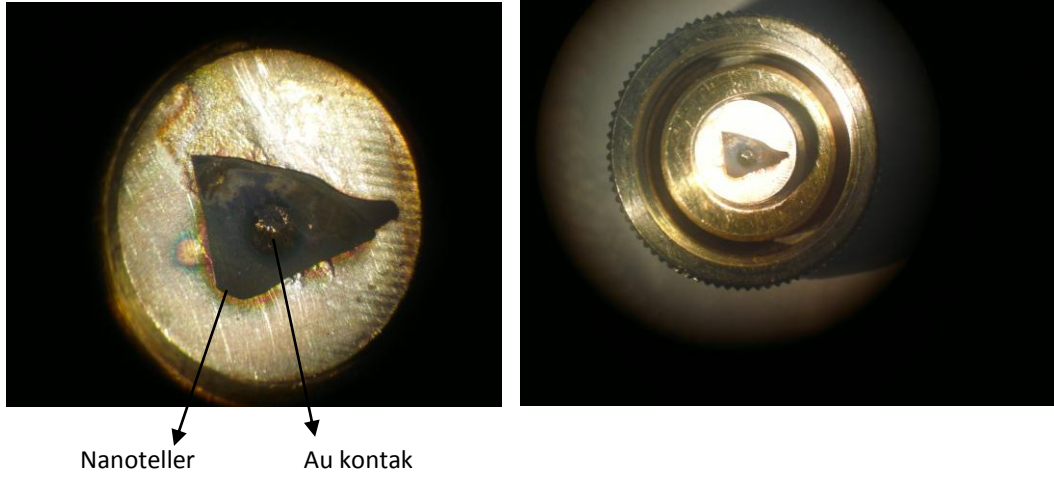
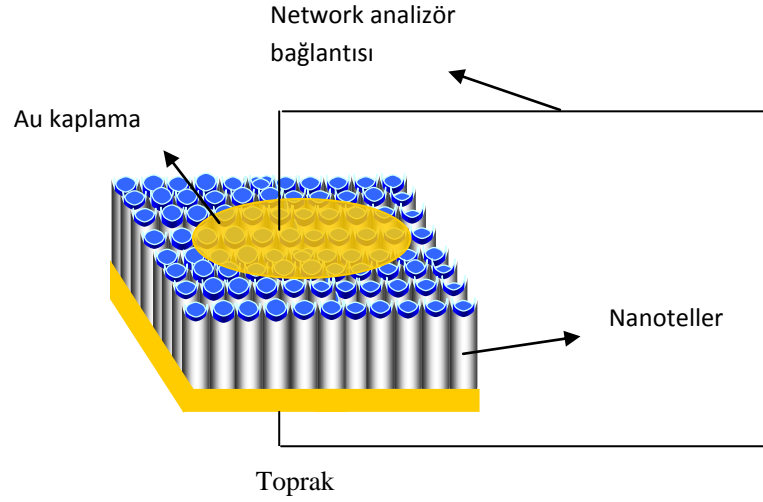


Şekil 4.5. a) -1V, b) -1.5V, c) -2V potansiyel altında, Al_2O_3 taban içinde elde edilmiş Ni_xFe_y nanotellerin, EDX nokta analizi ve spektrumu.

Elde edilen numuneleri manyetik alan altında empedans deęişimlerini incelemek için numunelere kontak yapılmıştır. Bunu nedenle Al_2O_3 içerisinde gömülü olan, nanotel düzenlerine 330 dakika boyunca polişleme yapılarak tellerin yüzeye çıkması sağlandı. Polişleme işleminden sonra, arka yüzeyi Au kaplı olan numunenin ön kısmına da 100 nm Au kaplandı. Kaplanan tabanlara $200\text{ }^{\circ}C$ ısı işlem uygulanarak altının yüzeye daha iyi tutunması sağlandı. Daha sonra numuneden gümüş boya yardımıyla kontak alınarak empedans ölçümleri yapıldı. Polişleme yapılan numunenin yankesit ve üstten görüntüleri Şekil 4.6' de verildiği gibidir. Polişleme işlemi 330 dakika da yeterli olduğunu yaptığımız sistematik polişleme işlemi sonucunda elde ettik. Polişleme sonucunda nanotellerin yüzeye çıktığı SEM fotoğraflarından görülmektedir (Şekil 4.6c). Şekil 4.7' de ise yaptığımız kontak işleminin şematik gösterimi verilmiştir.

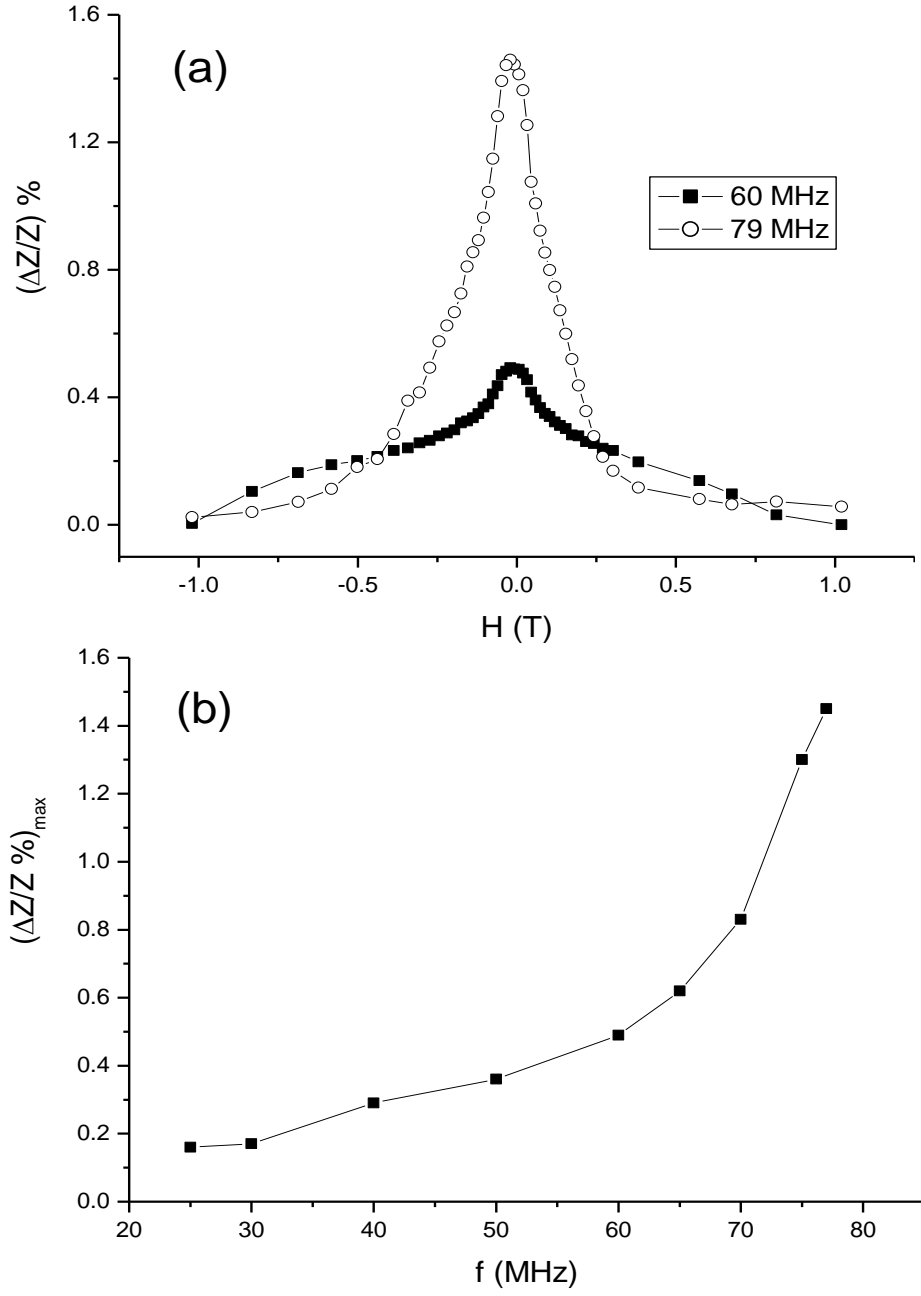


Şekil 4.6. Al_2O_3 taban içerisinde bulunan nanotellerin **a)** polişlenmemiş **b)** 150 dakika **c)** 330 dakika polişleme işlemi sonucunda manipölasyon sisteminden elde edilen fotoğrafı **d)** 330 dakika polişlenen numunenin SEM **e)** 330 dakika saat poliş yapılan numunenin SEM' den elde edilen yan kesit fotoğrafı.

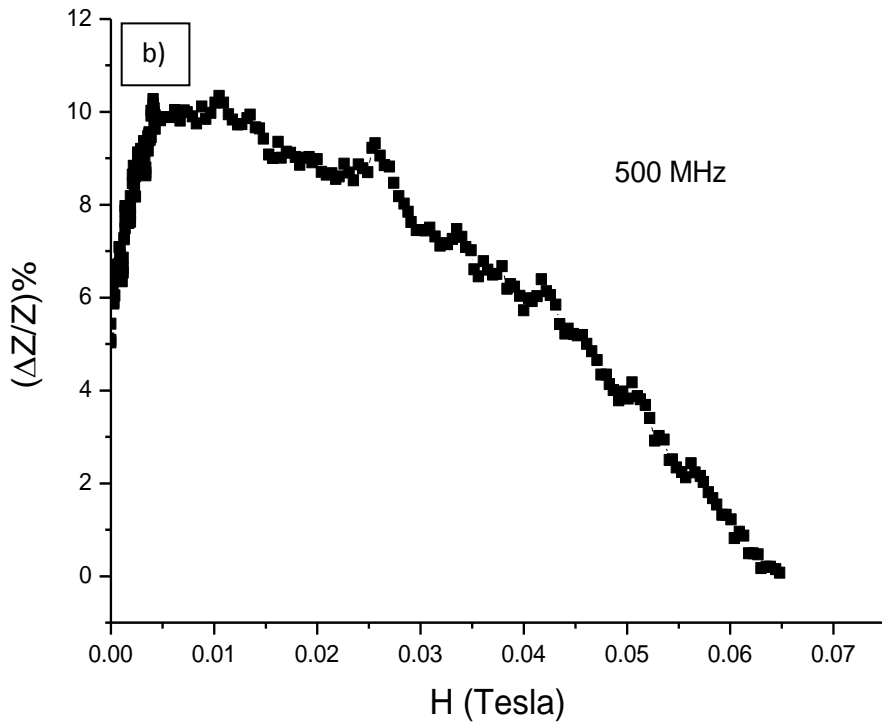
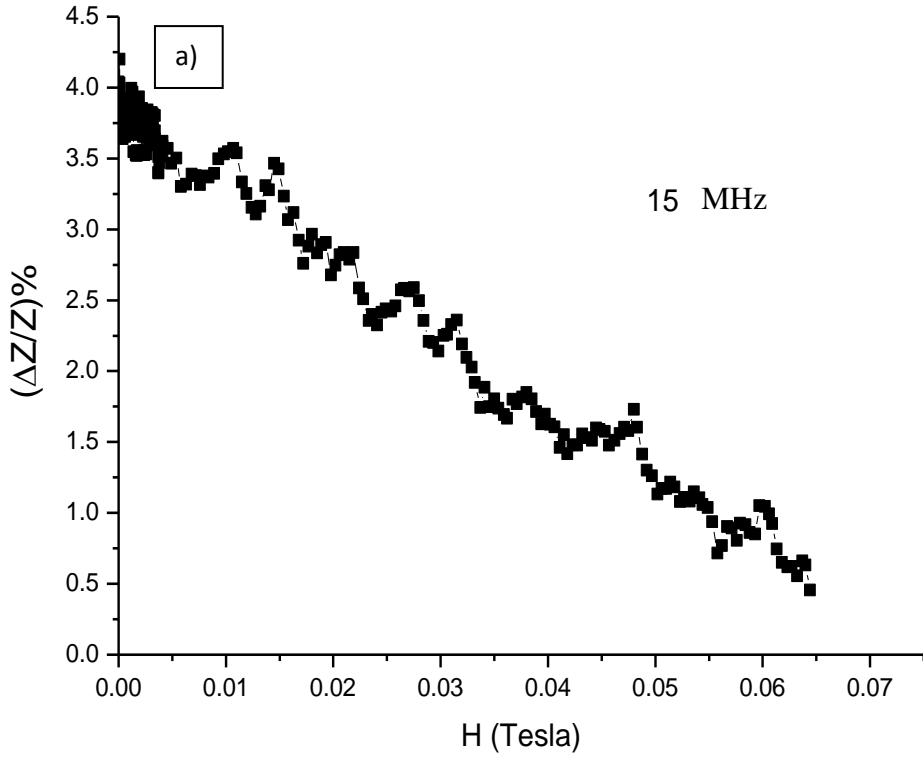


Şekil 4.7. MI ölçümü için nanotellere yapılan kontak ve network analizör probuna yerleşim şekli.

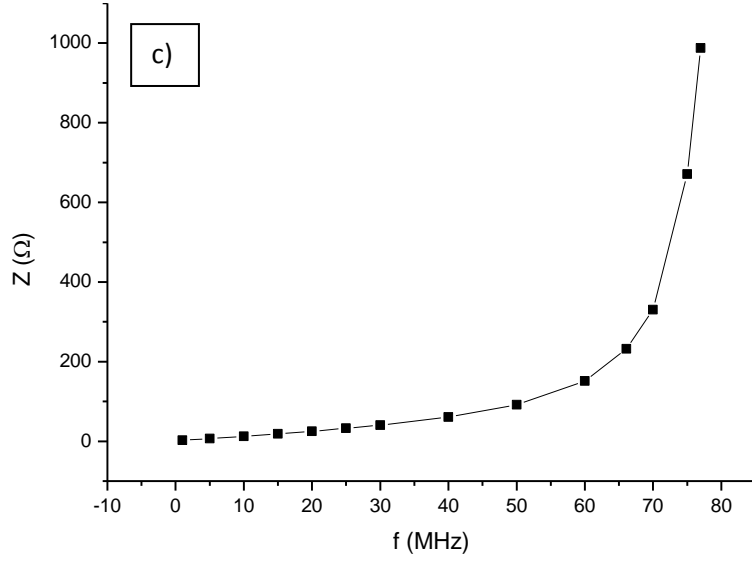
-2V potansiyel altında üretilen nanotel dizileri için 60 MHz ve 79 MHz değerlerindeki MI eğrileri Şekil 4.9a’ da verilmiştir. 60 MHz’de ki MI değişimi % 0,49 iken 79 MHz’de % 1.45 değişim elde edilmiştir. -1.5V’ luk numunne için 0.5 GHz de %10 ve 15 MHz de yaklaşık % 4’lük bir değişim gözlenmiştir (Şekil 4.9). Yüksek frekanslara gidildikçe MI değişiminin artması magnetostriction değerinin azalmasına bağlıdır. Daha yüksek manyetostriksiyon iç streslerle etkileşip anizotropi değerini artırır. Sonuç olarak ölçülen bu MI değerleri şu ana kadar nanotellerde gözlenen en yüksek değişimlerdir ve literatürde çok iyi manyetoempedans etki gösteren numunelerle karşılaştırılabilir boyuttadır [49].



Şekil 4.8. a) -2V toplanma potansiyelinde üretilen nanotel düzenlerinin 60 MHz ve 79 MHz değerlerindeki empedans eğrileri **b)** Sürücü frekansa göre maksimum empedans değişimi.

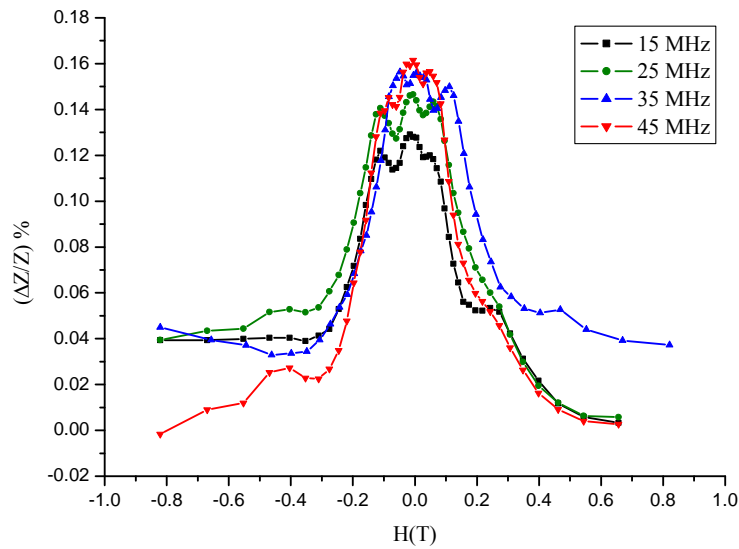


Şekil 4.9 devam ediyor.



Şekil 4.9. -1.5 V'da üretilen nanotel düzenleri için **a)** 15 MHz **b)** 500 MHz frekanslarda empedans eğrileri **c)** sürücü akım frekansının bir fonksiyonu olarak empedans değişimi.

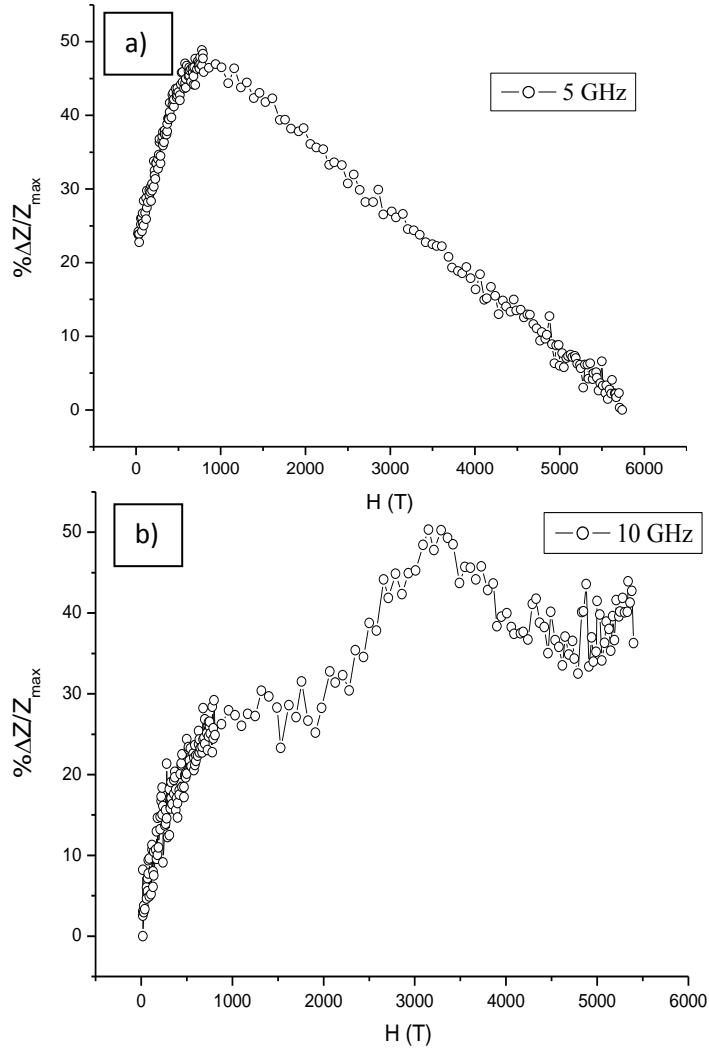
-1V'da 46 saat boyunca elektrokimyasal olarak üretilen ve EDX analiz sonuçlarından konsantrasyonunu $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{21}$ olarak belirlenen nanotellerin manyetoempedans eğrileri Şekil 4.10'da verildiği gibidir. Değişik frekans değerleri için yapılan ölçümlerde manyetoempedans değişiminin değerinin maksimum % 0.16 olması ve bu değer değişimin mikro tellerden elde edilen sonuçlara göre düşük olması, tel boyunca her yerde NiFe kompozisyonunun aynı olmamasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.10. $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{21}$ numunesinin MI empedans eğrileri.

4.3. NiFe Nanotelleri İçin Yüksek Frekanslarda Empedans Çalışmaları

Elektrokimyasal olarak ele ettiğimiz NiFe nanoteller için yüksek frekans bölgesinde de (kullanılan network analyser Agilent PNA Network Analyzer model N5221A olup ölçümde PES-9459 adaptör kullanılmıştır) çalışmalar yapılmıştır. Yüksek frekans çalışmaları Prof.Dr. H. Chiriac'ın Romanyada bulunan laboratuvarında gerçekleştirilmiştir Şekil 4.11' de 5 GHz' de yaklaşık %47 değişim gözlenirken, 10 GHz' de %50 değişim gözlenmiştir. Frekans değerinin artmasıyla MI değerinin de arttığı görülmüştür.



Şekil 4.11. NiFe nanotel dizilerinin farklı yüksek frekanslardaki MI eğrileri a) 5 GHz b) 10 GHz.

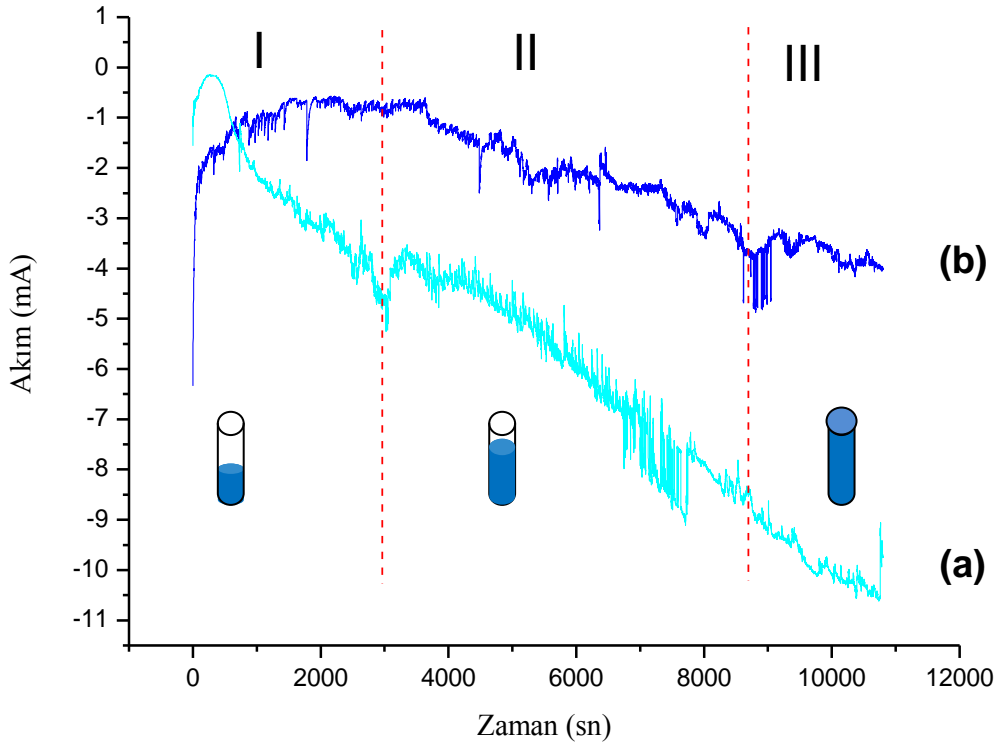
4.4. CoNiFe Nanotellerin Elektrokimyasal Olarak Üretilmesi

Bu kısımda, CoNiFe nanoteller düzenleri iki farklı konsantrasyonda elektrokimyasal olarak üretilmiştir. CoNiFe nanotel düzenlerinin üretiminde öncelikle Co ve Ni iyonlarının çözeltideki konsantrasyon değerleri Tablo 2' de verildiği gibi sabit tutulmuş, daha sonra da iki katına çıkarılmıştır. Tablo 4' de elektrokimyasal banyo şartları verilmiştir.

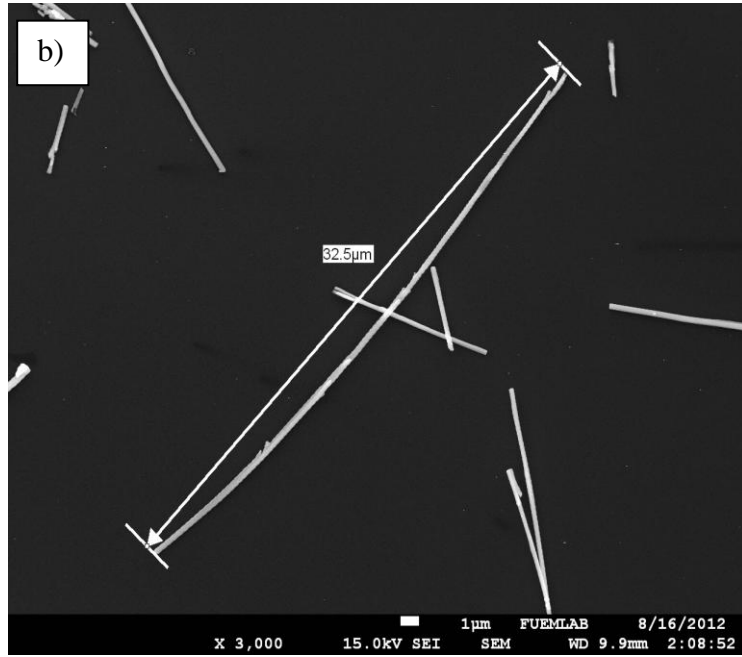
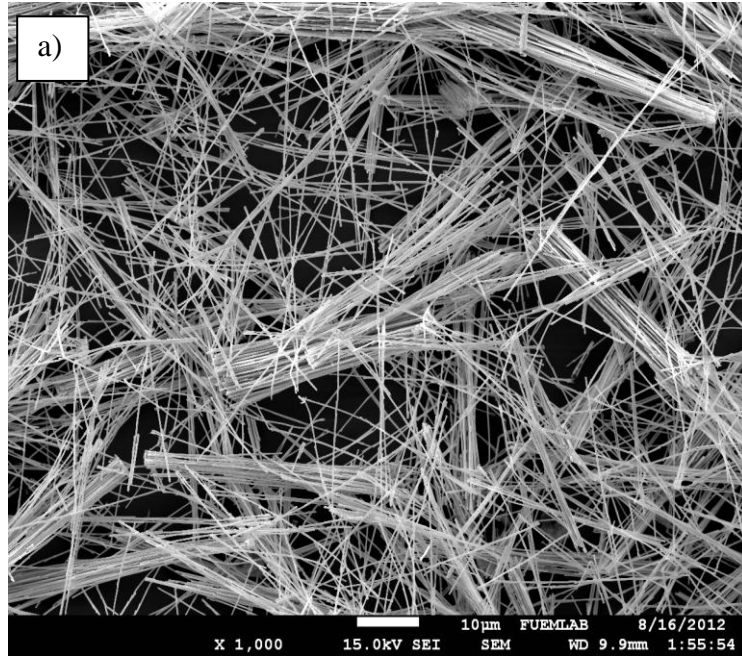
Tablo 4. CoNiFe nanotel üzenlerinin üretiminde kullanılan elektrokimyasal banyo parametreleri.

Çözelti İçeriği	Konsantrasyon
Co(SO₄)₂.7H₂O	5mM
Ni(SO₄).6H₂O	0.1 -0.2 M
Fe(SO₄).7H₂O	5- 10 mM
H₃BO₃	200 mM
NaCl	35 mM
C₁₂H₂₅NaO₄S	0.1 gr/lit
Depozisyon Parametreleri	
Kaplama Süresi	180 dk
pH	2.6
Çözelti Sıcaklığı	24 C
Karıştırma hızı	300 rpm

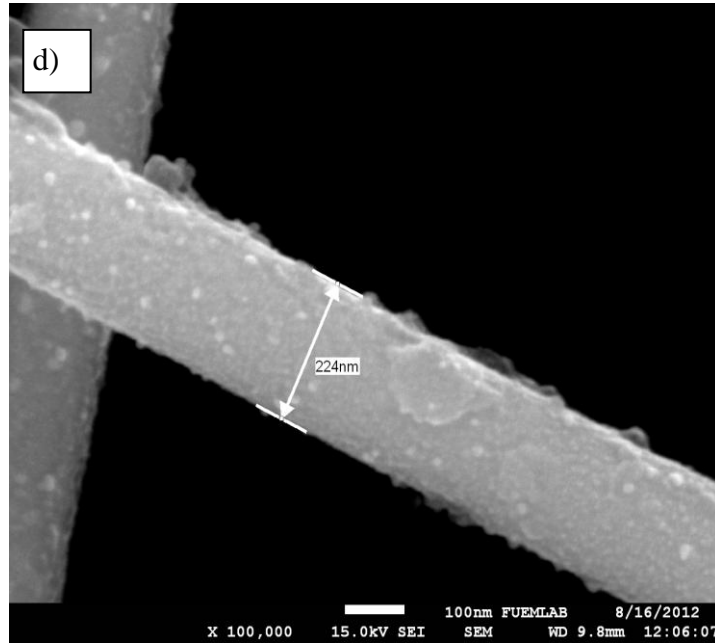
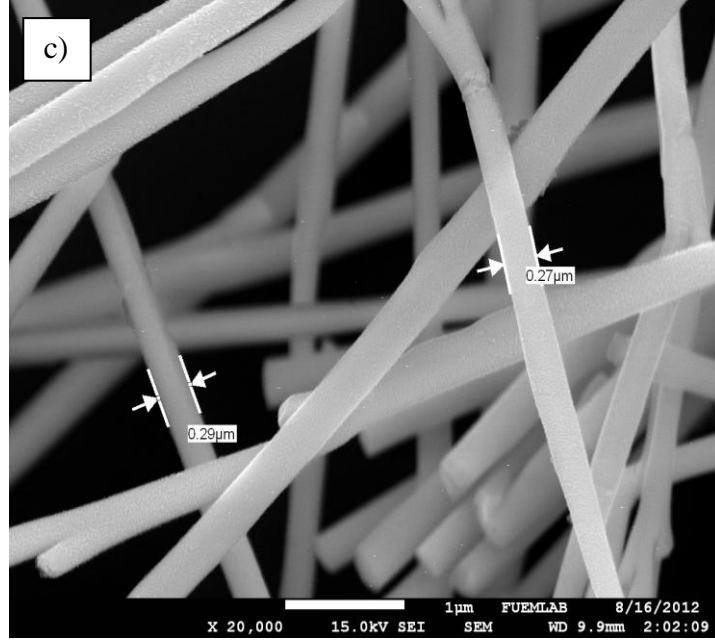
NiFe nanotellerin elektrokimyasal olarak üretimi sırasındaki izlenen tüm aşamalar, CoNiFe nanotellerin üretiminde de izlenmiştir. Şekil 4.12' de CoNiFe nanotellerin üretim sürecinde elde edilen akım-zaman grafiği görülmektedir. NiFe nanotellerinde olduğu gibi yüzeyin kaplanmasını önlemek için deneyler 10000 sn' de sonlandırılmıştır. Co ve Ni içeriği 2 katına çıkarıldığında (Şekil 4.12a) nanotel büyüme oranının arttığı, dolayısıyla da diğer numuneye göre daha çabuk yüzeye ulaşıldığı görülmüştür. CoNiFe içeriğinin sabit tutulduğu çözelti için (Şekil 4.12b) ilk 11000 sn içinde halen AAO'nun tamamen dolmadığı görülmektedir.



Şekil 4.12. Farklı konsantrasyonlarda CoNiFe iyonları içeren çözeltide nanotellerin oluşum süresince gözlenen akım zaman eğrileri.



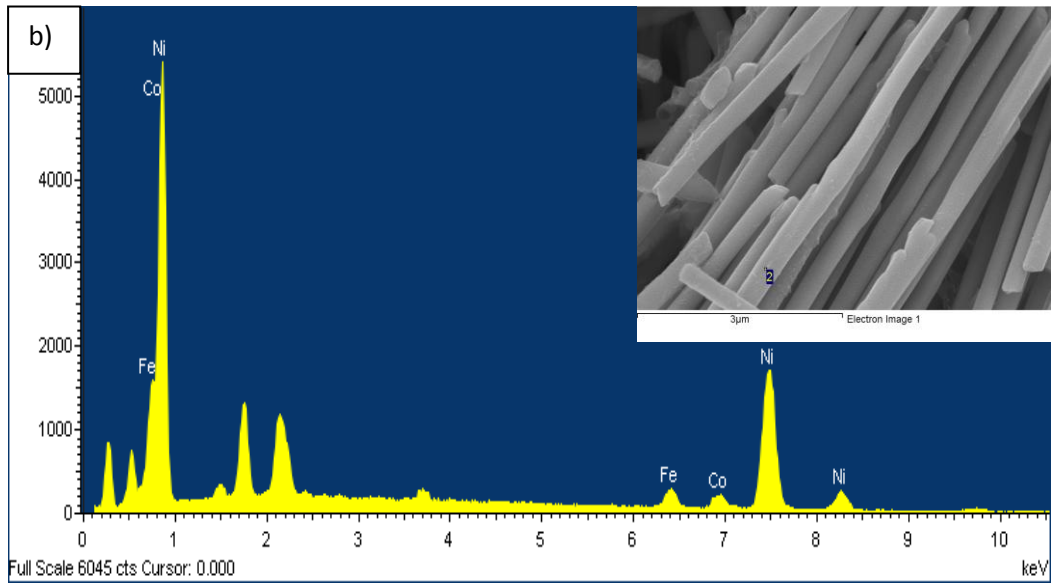
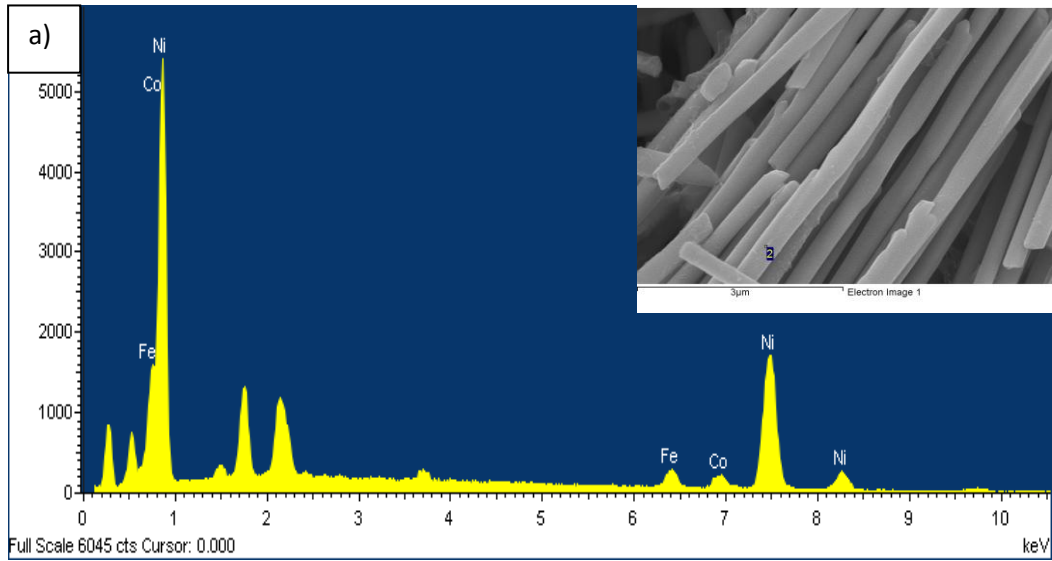
Şekil 4.13 Devam ediyor.



Şekil 4.13. CoNiFe nanotellerin farklı büyütmelerdeki SEM fotoğrafları **a)** 1000 **b)** 3000 **c)** 20.000 **d)** 100.000 kat büyütme

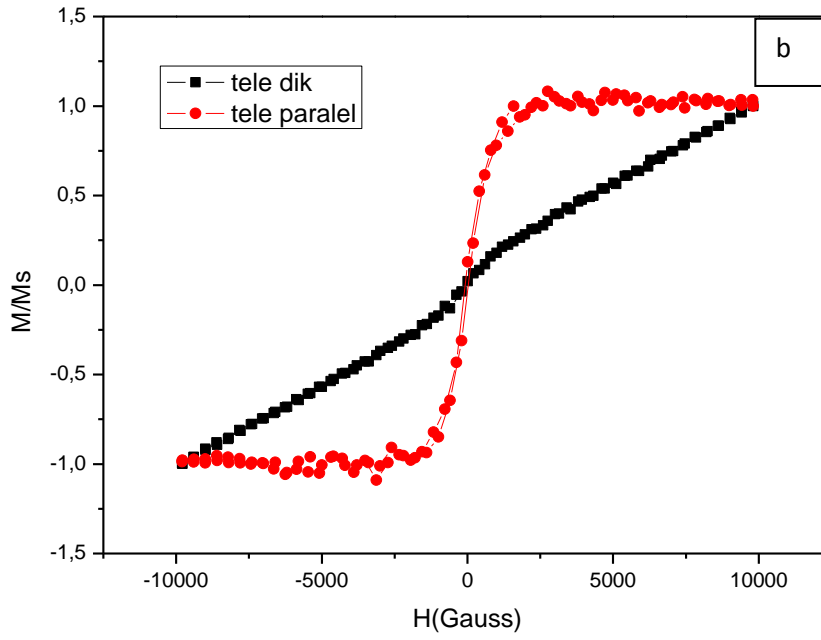
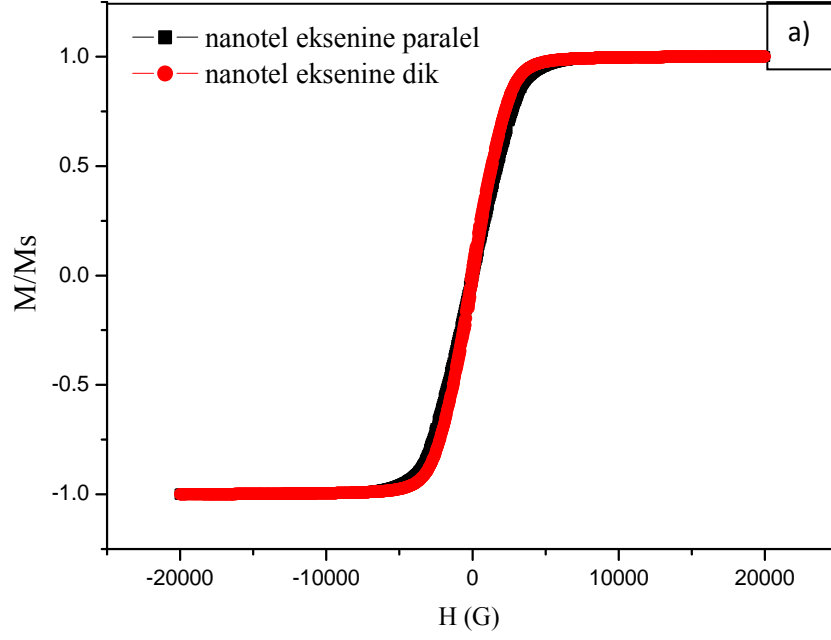
Şekil 4.13 da' CoNiFe nanotellerin 1000 kat büyütmede yığın halde ve birbirlerine paralel düzenlendikleri gözlemlenmiştir. Şekil 4.13b' de tek bir nanotel boyunun yaklaşık 33 μm olduğu belirlenmiştir. Şekil 4.13c' de 100.000 kat

büyütülmüş SEM fotoğrafında nanotel çapının 270-290 nm arasında olduğu belirlenmiştir. Şekil 4.13d' de ise nanotellerin tanecikli yapıya sahip olduğu görülmüştür. Nanotellerin boylarının beklenen değerden daha kısa olmasının yıkama işlemleri sırasında nanotellerde meydana gelen kırılmalardan kaynaklanmaktadır. Nanotellere yapılan EDX analizlerinden kompozisyonun $\text{Co}_7\text{Ni}_{88}\text{Fe}_5$, (Şekil 4.14a) ve Ni, Fe demir oranının iki katına çıkarıldığı durumda ise $\text{Co}_{12}\text{Ni}_{64}\text{Fe}_{24}$ olduğu belirlenmiştir (Şekil 4.14b).

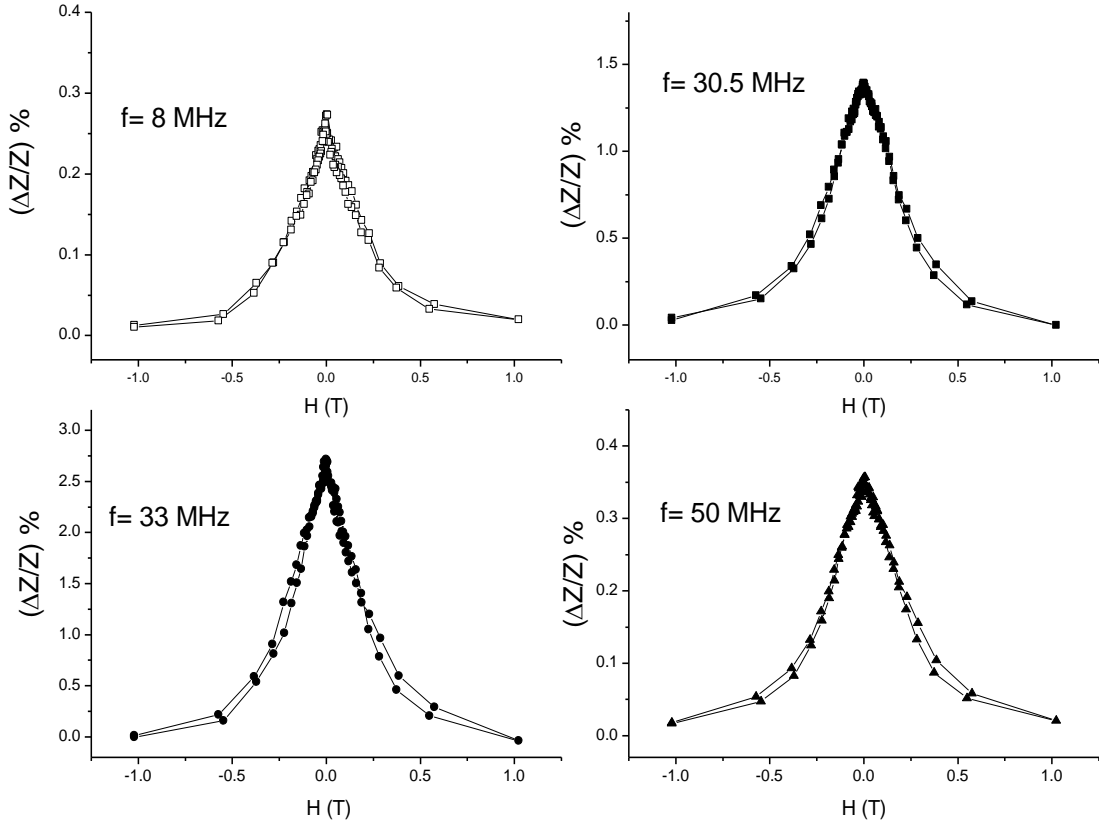


Şekil 4.14. a) $\text{Co}_7\text{Ni}_{88}\text{Fe}_5$, b) $\text{Co}_{12}\text{Ni}_{64}\text{Fe}_{24}$ nanotellerin EDX analizi ve fotoğrafı.

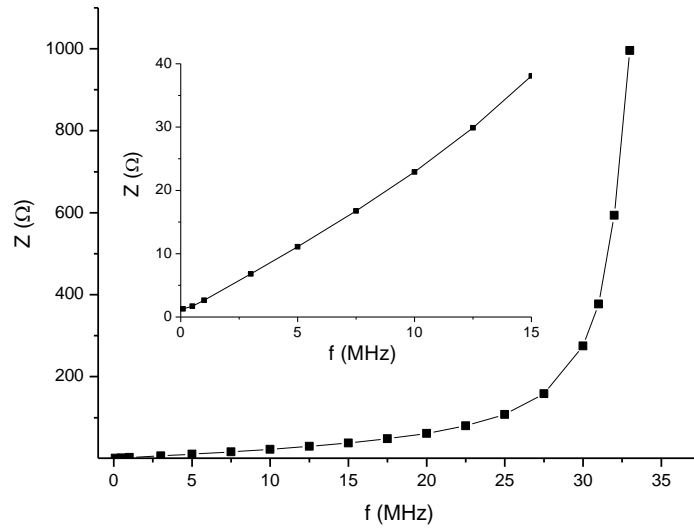
Şekil 4.15’ de CoNiFe ve NiFe nanotel düzenlerinin manyetizasyonlarının alanla değişimi grafikleri görülmektedir. Manyetizasyon ölçümlerinde dış alan, nanotellere dik ve paralel olacak şekilde uygulanmıştır. Manyetizasyon eğrilerinden de görüldüğü üzere, CoNiFe nanotel düzenlerinin kolay eksenleri nanotel eksenine paralel olacak şekilde yönelmiştir. Doyum manyetizasyonu ve koersivite değerlerinin oldukça düşük olması, elde edilen nanotel düzenlerinin soft manyetik özellik gösterdiğini belirtmektedir. Khan ve Petrikowski [50,51], Co ve CoFe nanotellerin elektrokimyasal olarak üretimi ile ilgili yapmış oldukları çalışmada $Co_{90}Fe_{10}$ alaşımli nanotellerinin koersivite değerinin $H_c \approx 2275$ G gibi yüksek bir değerde olduğunu belirtmişlerdir. Bununla birlikte Co nanotellerinin koersivite değerinin $H_c \approx 1188$ G gibi bir değerde olduğunu söylemişlerdir. Co nanotel sistemine Fe eklemesi CoFe nanotel sisteminde koersivite değerini artırmıştır. Sisteme Ni eklenmesi, yapıyı daha yumuşak (soft) bir manyetik faza çekmektedir. Elde edilen histerisiz eğrilerinden, Şekil 4.16a’da CoNiFe nanotellerin 2000 G manyetik alan altında doyuma gittiği görülmüştür. Manyetik alanın nanotel eksenine dik iken koersivite 73.41 G, paralel olduğu durumda 53.71 G olarak belirlenmiştir. Böylece nanotelin kolay ekseninin nanotellerin boyu doğrultusunda olduğu bulunmuştur. Şekil 4.16b’de NiFe nanotel düzenlerinin koersivite değeri $H_c \approx 100$ G olarak bulunmuştur. Şekil 4.16’ da CoNiFe nanotelleri için manyetoempedans (MI) grafikleri verilmiştir. Şekil 4.16’ da farklı sürücü frekans değerlerinde elde edilen MI eğrilerinden en yüksek değişimin 33 MHz’ de %2.72 olarak belirlenmiştir. Yine frekans değerine bağlı olarak 0 manyetik alanda empedanstaki artış Şekil 4.17’ de verilmiştir. Düşük frekans değerinde empedans değeri 1.2 ohm’ dan 3.3 MHz’ de 1000 ohm’ a ulaşmıştır.



Şekil 4.15. a) CoNiFe b) NiFe Nanotel dizilerinin M-H eğrisi.

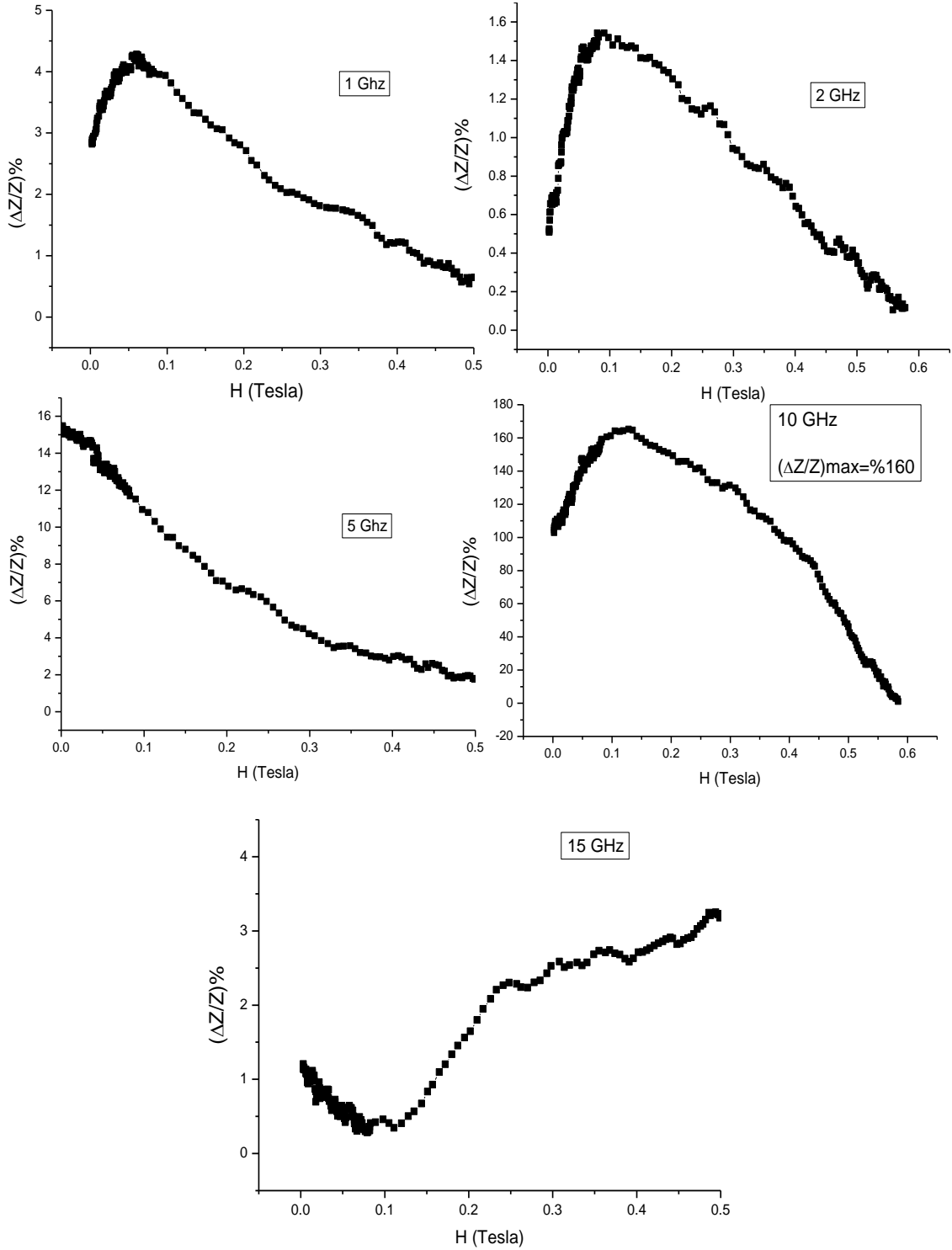


Şekil 4.16. Farklı frekans değerleri için elde edilen MI eğrileri.



Şekil 4.17. CoNiFe nanotel dizilerinin empedanslarının çeşitli sürücü akım frekanslarına göre değişimi.

4.5. CoNiFe Nanoteller İçin Yüksek Frekanslarda Empedans Çalışmaları

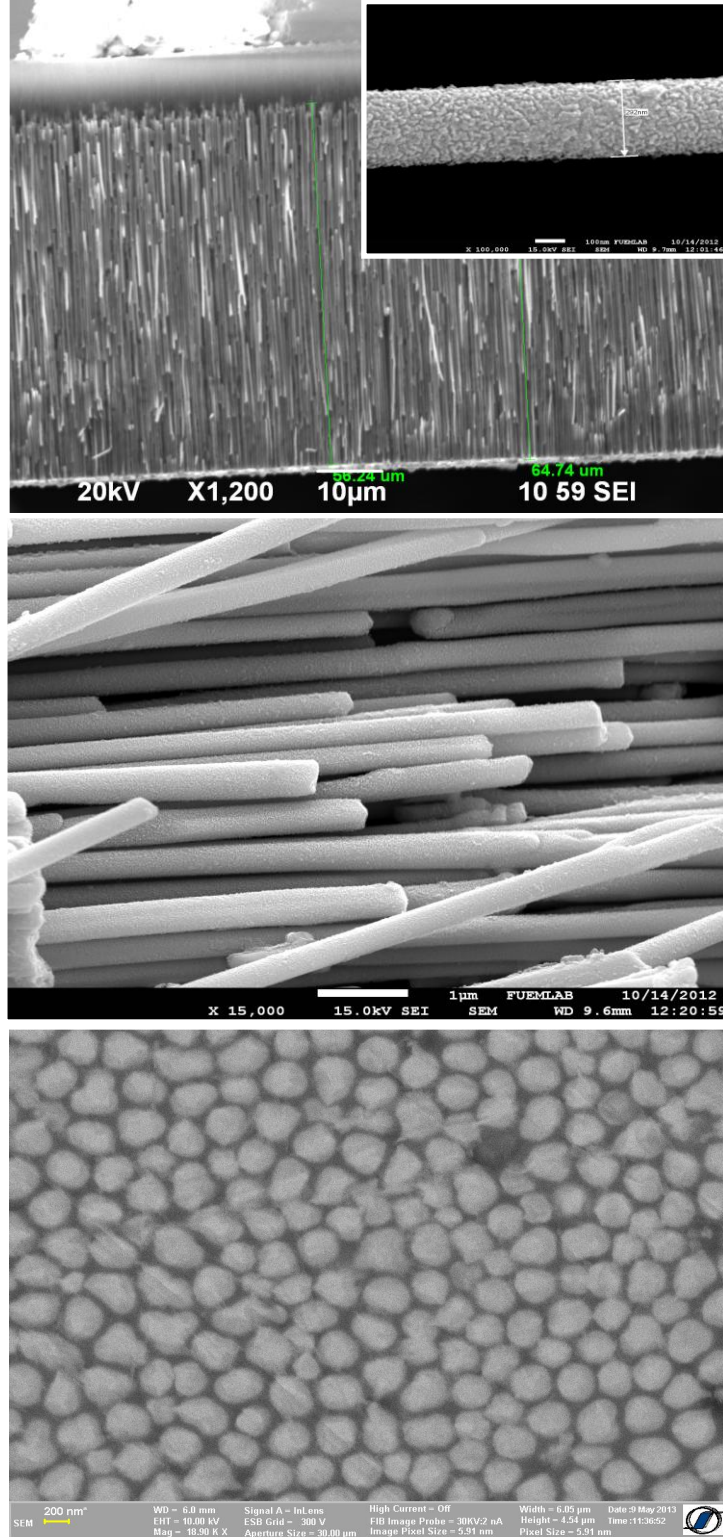


Şekil 4.18. CoNiFe nanotel dizilerinin farklı frekanslardaki MI eğrileri.

CoNiFe nanotellerde oldukça yüksek MI deęişimi gözlenmiştir, MI deęişimi düşük frekanslarda %4'lerden başlayıp 10 GHz de yaklaşık %160'lara ulaşmış, ve sonra tekrar azalmaya başlamıştır (Şekil 4.18). Sonuç olarak ölçülen bu MI deęerleri şu ana kadar nanotellerde gözlenen en yüksek deęişimlerdir ve literatürde çok iyi MI etki gösteren numunelerle karşılaştırılabilir boyuttadır [49].

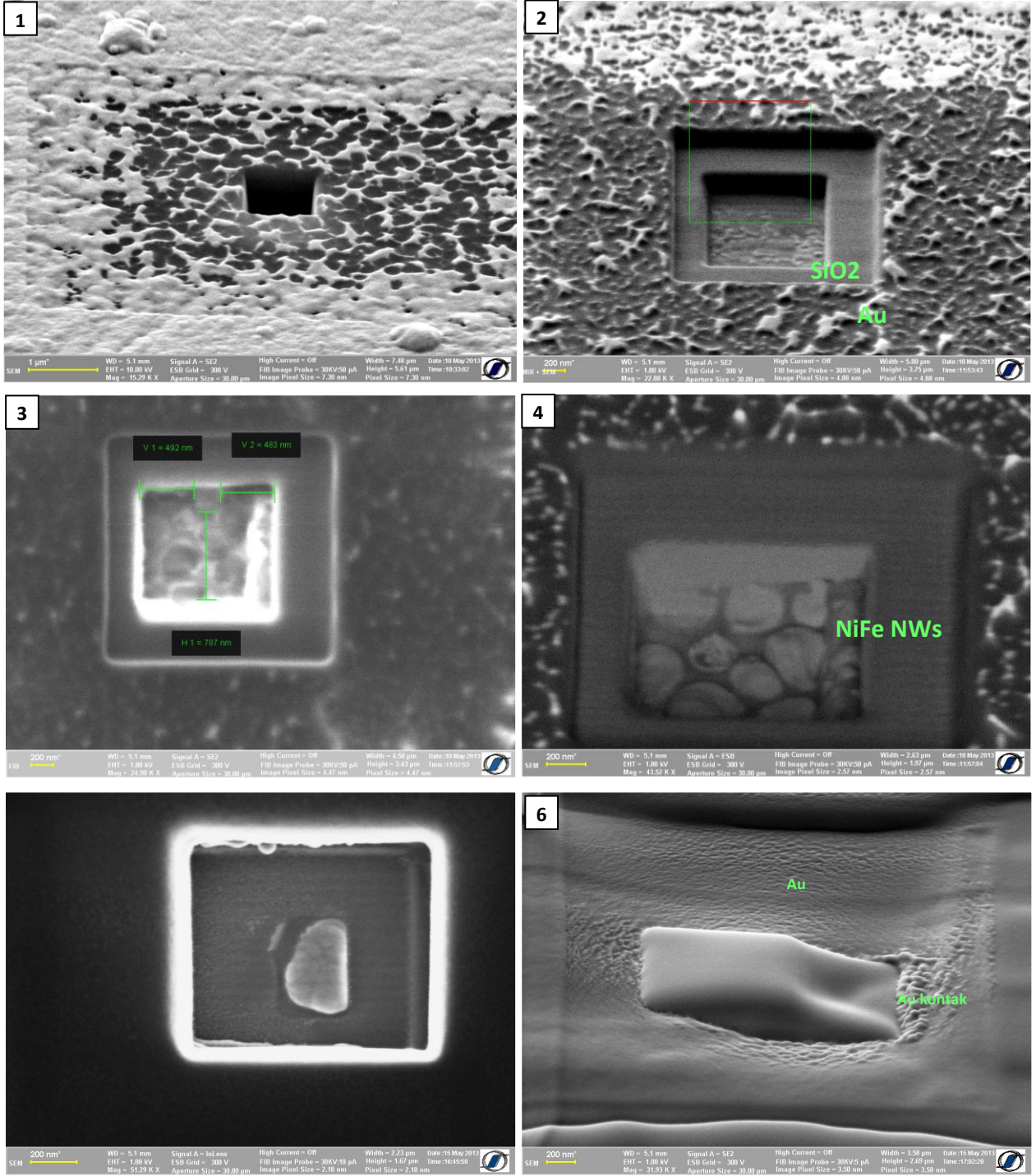
4.6. Tek bir nanotele kontak işlemi ve MI ölçümü

Tek bir manyetik nanotelin iletkenlik özelliklerini inceleyebilmek için aşağıda ayrıntıları verilen işlemler izlenerek nanotel üzerinde elektriksel kontak oluşturulmuştur. Çalışmalarımızın başlarında nanoteller elde edilmeden, nanotellerin doldurulacağı alumina tabanlar (AAO) elektrot olarak kullanılmak üzere 20 nm Au ile kaplanmıştır. Elektrokimyasal kaplama sırasında bu malzeme katot olarak kullanılmıştır. Yapılan denemeler sonrasında Au kaplama kalınlığı yeterli gelmediği ve elektrot hazırlama sürecinde kolayca yüzeyden söküldüğü görülmüştür. Hem elektrotun iletkenliğini artırabilmek, hem de kaplama sonrasında elde edilen ürünün arka kısmındaki iletkenliğini daha sonra elektriksel kontak yaparken kullanabilmek için Au kaplamanın kalınlığı 100 nm'ye çıkarılmıştır. Ayrıca Au kaplanmış AAO'ya 200 °C'de 2 saat ısıtma işlemi uygulanmıştır. Böylece hem Au tabakanın AAO'ya tutunması artırılmış, hemde nanogözeneklere nanotellerin dolum oranında çok büyük artış gözlenmiştir. Çekilen SEM fotoęraflarından tellerin boyunda da artış gözlenmiştir. Tel çapları 250-310 nm iken uzunlukları 50- 60µm uzunluğunda olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.19 a,b). AAO içine gömülü olan nanotel düzenleri daha sonra mekanik olarak yağ içinde suspense halde bulunan 3µm'lik elmas parçacıkları ile nanoteller görülünceye kadar polişlenmiştir (Şekil 4.19c).

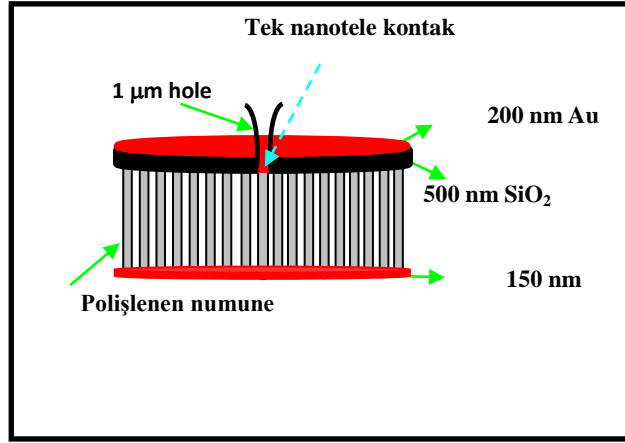


Şekil 4.19. a) Elektrokimyasal olarak AAO içerisinde oluşturulan manyetik nanotellerin yan kesit SEM fotoğrafı b) AAO'nun 1 M NaOH' da çözünmesiyle özgür kalan nanoteller c) Mekanik olarak polişlenmiş AAO' nun üstten görünüşü.

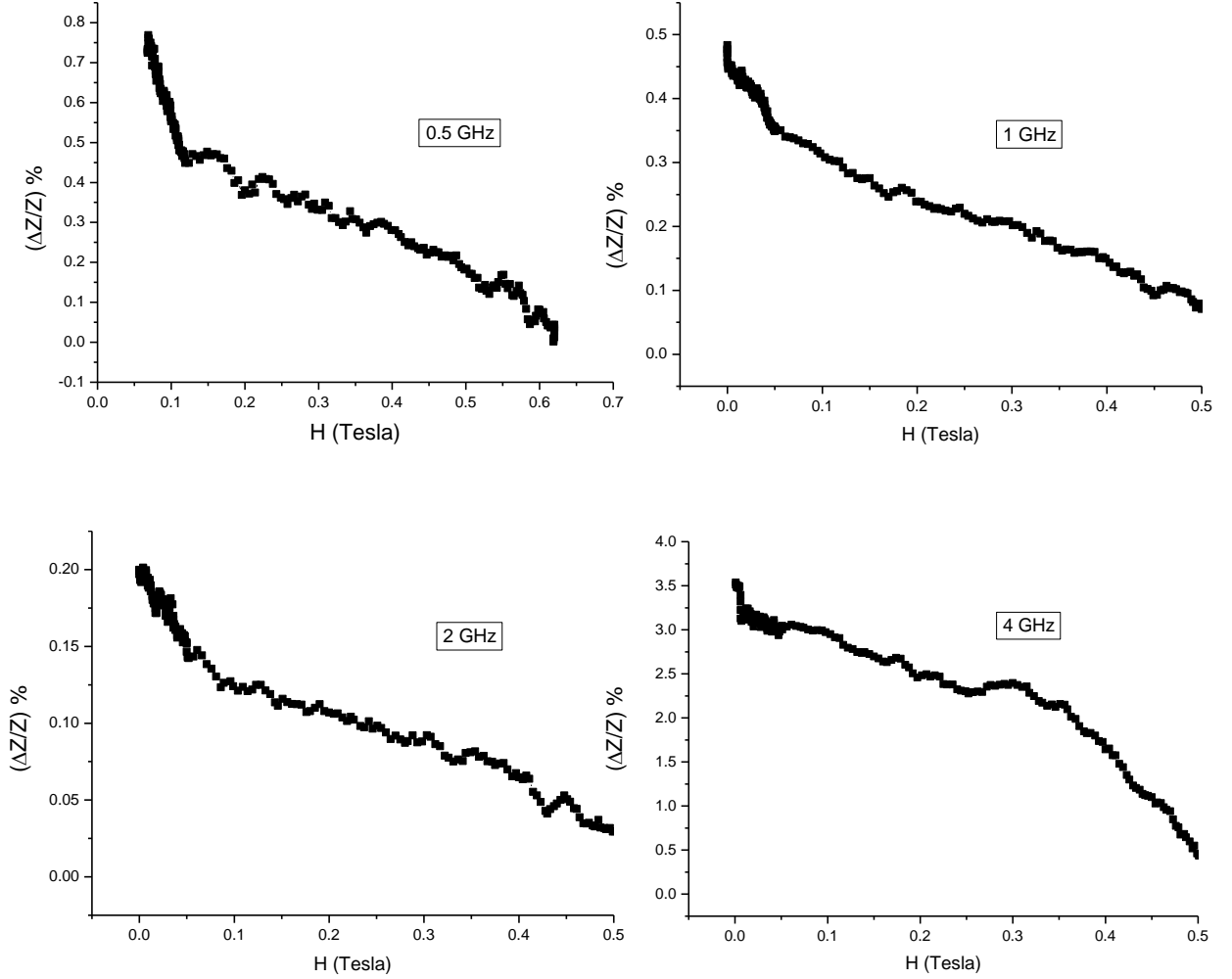
Polişlenmiş malzeme önce 500 nm SiO₂ ve ardından 30 nm Au ile RF sputtering sistemi kullanılarak kaplanmıştır. FIB altında yapılan nanokontakt işleminin adımları işlem sırasında çekilen fotoğraflarla Şekil 4.20’ de adım adım verilmiştir. Yüzey üzerinde seçilen 1 µm²’ lik alan, odaklanmış iyon ışını (FIB) sistemi ile kazılmıştır. Odaklanmış iyon ile kazma aşamaları Şekil 4.20’de 1-3 adımlarından görülmektedir. 4.adımdan da görüleceği gibi bu alana rastlayan birden fazla nanotel olduğundan, seçilen bir tek nanotel dışındaki tellerin üzeri yine FIB sistemi yardımı ile SiO₂ ile kaplandı. Böylece kazılan bölge içerisinde kontak yapmak üzere tek bir nanotel boşta kalmıştır (5. Adım). Ardından 200 nm’ lik altın tabaka yine RF sputteringle malzeme üzerine kaplanmış ve tek bir nanotele metal kontak yapılmıştır (Şekil 4.20 ve 4.21).



Şekil 4.20. FIB ile yapılan nanokontağın üretim aşamaları.



Şekil 4.21. AAO içerisindeki nanotellerden sadece birine kontak yapmak işlemi.

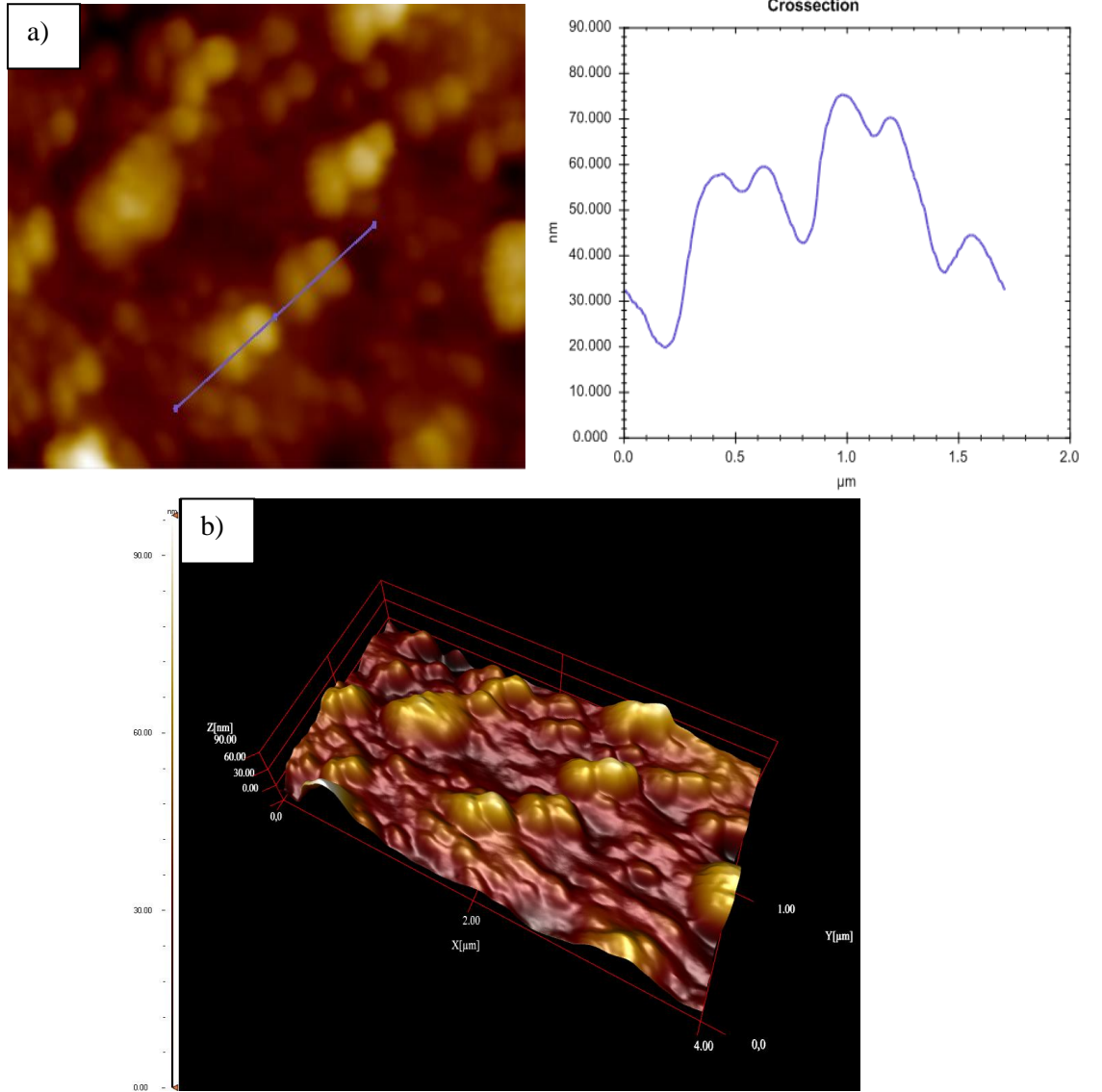


Şekil 4.22. Tek $Ni_{80}Fe_{20}$ nanotelin farklı sürücü frekanslar için MI eğrileri.

Tek bir nanotel için yüksek frekans bölgesinde alınan MI eğrileri Şekil 4.22’de verilmiştir. Düşük frekanslarda değişim % 1 in altında iken, 4 GHz de değişim % 3.5’ e yaklaşmıştır ve daha yüksek frekanslarda MI değişimi tekrar azalmıştır.

4.7. NiFe Nanotelleri İçin Yapılan AFM Çalışmaları

Şekil 4.23’ de polişlenen NiFe nanotel düzenlerine AFM ile bakılmıştır. 330 dakika polişlenen Al_2O_3 taban içerisindeki nanotel düzenleri aseton ve etanolle temizlenerek ölçüm alınmıştır. AFM ile elde edilen görüntülerde nanotellerin çaplarının yaklaşık 250 nm olduğu belirlenmiştir.



Şekil 4.23. 330 dakika polişlenen NiFe nanotellerinin a) Yüzey profilinden elde edilen çap ölçümü, b) Üç boyutlu AFM görüntüsü.

SONUÇ VE YORUM

Günümüz teknolojisinde mümkün olduğu kadar küçük ölçeklerde üretilen aletler istenilmektedir. Bu amaçla nano boyutlardaki aletlerin üretilmesi için birçok yeni çalışma alanları oluşturulmuş ve nano kavramı bilimin neredeyse her alanına girmiştir.

Metalik nanoteller kimyasal ve biyolojik sensörlerden optik ve elektronik aletlere kadar teknolojinin bir çok alanında yer alacağı düşünülmektedir. Nanoteller hem geometrisi hemde eşsiz mekanik, elektriksel, optik ve de manyetik özelliklerinden dolayı ümit verici malzemelerdir. Nanotelleri üretmek ve de değişik özelliklerini karakterize etmek için bugüne kadar bir çok çalışma yapılırken, uygulamalara yönelik araştırma ve geliştirme çabaları da artık önemli bir hal almaya başlamıştır.

Bu tez kapsamında NiFe ve CoNiFe manyetik nanotelleri üretilerek bunların SEM, TEM, AFM ve EDX analizleri ile morfolojik özellikleri ve yüzde atomik konsantrasyonları belirlenmiştir. Yapılan çalışmada 250-310 nm çapında 40 µm varan uzunlukta nanoteller üretilmiştir.

Farklı potansiyeller altında üretilen NiFe nanotellerde depozisyon potansiyel değeri arttıkça nanogözeneklerin dolun oranı artarken, nanotellerin kompozisyonunun yüksek potansiyel değerlerinde manyetik özellikleri bakımından istenen 80:20 oranından saptığı gözlenmiştir. Ayrıca NiFe sistemine Co katılması ile yine çözeltinin iletkenliğinin arttığı böylece nanotellerin dolun oranının hızlandığı belirlenmiştir. Çözeltideki Co iyonlarının konsantrasyonundaki artış, elde edilen nanoteldeki Co ve Fe yüzdesinde artışa yol açarken, Ni yüzdesinde azalmaya neden olmuştur. Ayrıca NiFe nanotellerde gözlenen nanotanecikli yapı yerine, CoNiFe' nanotellerde daha pürüzsüz bir yapının ortaya çıktığı da gözlenmiştir.

Ayrıca manyetik histeresis eğrilerinden alan nanotel düzlemine paralel olarak uygulandığında, koarsivite değerleri yaklaşık olarak, NiFe nanoteller için 100 G, CoNiFe nanoteller için ise 53 G civarında ölçülmüştür. Yapıya Co eklenmesi manyetik yapıyı softlaştırmıştır.

Yapılan MI çalışmalarından nanotel düzenleri için MHz düzeyindeki frekanslarda maksimum % 3 civarında deęişim gözlenmiştir. GHz mertebesindeki yüksek frekans çalışmalarında MI deęişiminin dikkate deęer bir ölçüde arttığı, 10 GHz' de %160' a varan MI deęişimi ölçülmüştür. Manyetoempedans etki bilindięi üzere, dc bir manyetik alan altında ferromanyetik bir iletkenin toplam empedansındaki deęişimi olarak tanımlanır ve MI etki yüzey etkisine baęlı bir fiziksel olaydır. Yüzey etkisi sürücü akım frekansının karekökü ile ters orantılıdır. MHz civarındaki frekanslarda sürücü akım bütün nanotelden geęerken GHz mertebesinde nanotelin yüzeyinden akacaktır. Bu nedenle yüksek MI etki nanotellerde GHz mertebelerinde gözlenmektedir. Nanotellerde MHz mertebesinde çok yüksek MI etki elde edilememesi tellerdeki yüksek şekil anizotropiden kaynaklanmaktadır.

Yine tek bir NiFe nanotele kontak yapılarak bu telin farklı sürücü akım frekans deęerlerinde manyetoempedans özellikleri incelenmiş ve 4 GHz' de %3.5' luk maksimum deęişim gözlenmiştir.

KAYNAKLAR

- [1] G. B. Gürbüz, 2002. Nanoteknoloji ve mezoskopik, Yüksek Lisans Tezi, T.Ü.Fen Bilimleri Enstitüsü, istanbul.
- [2] Ş. Celep Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi, (2007), Adana
- [3] <http://nanoturkiye.blogspot.com.tr/2008/05/dnyann-en-kk-arabas-en-byk-sanat-arabas.html> (15.04.2013).
- [4] A. Tepe, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, (2008), İstanbul
- [5] <http://nanoteknolojinedir.com/upload/files/201303190540Nanoteknoloji-ve-uygulamaları.pdf> (22.05.2013).
- [6] V. Yağmur, Doktora Semineri, İnönü Üniversitesi, (2007), Malaya
- [7] Y. Li, F. Qian, J. Xiang, C. M. Lieber, Mater. Today, **9**, (2006), 18
- [8] K. Haraguchi, T. Katsuyama T, K. Hiruma, K. Ogawa, Appl. Phys. Lett, **60**, (1992), 745
- [9] E. Tutuc, J. Appenzeller, M. C. Reuter, S. Guha, *Nano Lett*, **6**, (2006), 2070
- [10] V. Yağmur, Doktora Tezi, İnönü Üniversitesi, (2012), Malatya
- [11] M. Yavuz, Yüksek lisans tezi, Ankara Üniversitesi, (2010), Ankara
- [12] K. KIYMAÇ, Magnetizma Ders Notları, (2003)
- [13] A. Das, Yüksek Lisans Tezi, (2010)
- [14] R.M. Ferromagnetism, IEEE Press, (1993). New York
- [15] Dong, J., Thunuguntla, R., Gupta, S., Desai, M., “Investigation of high moment FeCo films for head writer applications”, Magnetism Conference. INTERMAG 2006. IEEE International, 133, USA, Mayıs 2006.
- [16] Kong, S.H., Okamoto, T., Nakagawa, S., “[Fe-Co/Si] Multilayers With High Saturation Magnetization for Backlayer of Perpendicular Magnetic Recording Media”, Magnetism Conference, 2002. INTERMAG Europe 2002. Digest of Technical Papers. 2002 IEEE International, FQ13, Ağustos 2002.
- [17] Piramanayagam, S.N., Soo, E.W., Wang, J.P., “Multilayered FeCo/FeCo-O Soft Magnetic Films for Recording Applications”, Magnetism Conference,

2002. INTERMAG Europe 2002. Digest of Technical Papers. 2002 IEEE International, AQ12, Ağustos 2002.
- [18] M.İ. Çoşkun, Yüksek Lisans Tezi, Kilis 7 Aralık Üniversitesi, (2011), Kilis
- [19] David Michael Burn, Doktora tezi, Durham Üniversitesi, (2013),
- [20] Selçuk Atalay, Doktora Tezi, Bath Üniversitesi, (1992), İngiltere
- [21] Ovidiu Cezar Trusca, Yüksek Lisans Tezi, (2008), Romanya
- [22] N. Bayri, Doktora tezi, İnönü Üniversitesi, (2007), Malatya
- [23] L. Sun Y. Hao C.-L. Chien P. C. Searson Tuning the properties of magnetic nanowires IBM J. RES, **49**, (2005), 79-101.
- [24] D. Navas et al., Magnetic behavior of $\text{Ni}_x\text{Fe}_{(100-x)}$ ($65 \leq x \leq 100$) nanowire arrays, J. Magn. Mater, **290** (2005) 191–194.
- [25] H.R. Khan, K. Petrikowski, Anisotropic structural and magnetic properties of arrays of $\text{Fe}_{26}\text{Ni}_{74}$ nanowires electrodeposited in the pores of anodic alumina, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **215-216** (2000) 526-528.
- [26] D.C. Leitao, C.T. Sousa, J. Ventura, J.S. Amaral, F. Carpinteiro, K.R. Pirota, M. Vazquez, J.B. Sousa, J.P. Araujo, Characterization of electrodeposited Ni and $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ nanowires, Journal of Non-Crystalline Solids. **354** (2008) 5241.
- [27] L. Elbaile, I.G. Cuberoa, R.D. Crespoa, V. Vegab, J.A. Garcíaa, Magnetic behavior in arrays of $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{21}$ and $\text{Ni}_{79}\text{Fe}_{21}/\text{Cu}$ nanowires, Journal of Alloys and Compounds, **536S** (2012) S359– S364
- [28] Sang-Geun Cho, Bongyoung Yoo, Ki Hyeon Kim, and Jongryoul Kim, Magnetic and Microwave Properties of NiFe Nanowires Embedded in Anodized Aluminum Oxide (AAO) Templates, IEEE Transactions On Magnetics, **46**, (2010), 420-423
- [29] Mohamed Shaker Salem, Philip Sergelius, Robert Zierold, Josep M. Montero Moreno, Detlef Gorlitz and Kornelius Nielsch, Magnetic characterization of nickel-rich NiFe nanowires grown by pulsed Electrodeposition, J. Mater. Chem., **22**, 2012, 8549

- [30] V. Sudha Rani, S.S. Yoon, B. Parvatheeswara Rao, CheolGi Kim, Template synthesis of NiFe nanowires using diblock copolymers, *Materials Chemistry and Physics*, **112** (2008) 1133–1136
- [31] Stern E., Klemic J.F., Routenberg D.A., Wyrembak P.N., Turner-Evans D.B., Hamilton A.D., LaVan D.A., Fahmy T.M., Reed M.A., *Nature* **445**, (2007) 519.
- [32] Cui, Y., et al., *Science* , **293**, (2001), 1289
- [33] Grosios, K., and Traxler, P., *Drugs Future*, **28**, (2003), 679
- [34] Hahm, J., and Lieber, C. M., *Nano Lett.* **4**, (2004) , 51
- [35] Patolsky F., Zheng G.F., Lieber C.M., *Nat. Protoc.* **1** (2006) 1711.
- [36] K. Mohri et al., “Magneto-inductive effect in amorphous wires”, *IEEE Transactions on Magnetism*, **28**, (1992), 3150-3152,
- [37] L. Kraus, “Theory of Giant Magneto-impedance in the planar conductor with uniaxial magnetic anisotropy”, *J.Magn. Magn. Mater.* **195** (1999) 764-778
- [38] Amruta BERGE, Yüksek lisans tezi, B.S. Pune Üniversitesi, (2002), Florida
- [39] F.E.Atalay, Yüksek Lisans Tezi, İnönü Üniversitesi, (1994), Malatya.
- [40] H. Kaya, Doktora tezi, İnönü Üniversitesi, (2011), Malatya.
- [41] <http://www2.aku.edu.tr>
- [42] <http://www.acikbilim.com/2014/02/dosyalar/daha-yakin-olmak-icin-elektron-mikroskoplari-2.html> (12.06.2014).
- [43] http://simple.wikipedia.org/wiki/Atomic_force_microscope (12.06.2014).
- [44] Harun Kaya, Yüksek lisans Tezi, İnönü Üniversitesi, (2005), Malatya
- [45] F.E. Atalay, H. Kaya, S. Atalay, Effect of pH on the magnetoimpedance properties of electrodeposited CoNiFe microtubes, *Physica B* **371** (2006) 327-331.
- [46] F.E. Atalay, S. Atalay, Giant magnetoimpedance effect in NiFe/Cu plated wire with various plating thicknesses, *J. Alloys Compd.* **392** (2005) 322-328.
- [47] P. Gentile, T. David, F. Dhalluin, N. Pauc, The Growth of Small Diameter Silicon Nanowires to Nanotrees, *IOP Science*, **19**, (2008), 12

- [48] Y Ren, YY Dai, B Zhang, QF Liu, DS Xue, JB Wang, Tunable Magnetic Properties of Heterogeneous Nanobrush: From Nanowire to Nanofilm, *Academic Journal*, **5**, 2010, 853
- [49] Manh-Huong Phan, Hua-Xin Peng, Giant magnetoimpedance materials, Fundamentals and applications, *Progress in Materials Science* **53** (2008) 323–420

ÖZGEÇMİŞ

Adı -Soyadı : Ece AYDOĞMUŞ

Doğum Tarihi : 13.09.1989 / MALATYA

EĞİTİM

Derece	Bölüm/Program	Üniversite	Yıl
Lisans	Fizik	İnönü Üniversitesi	2007-2011
Y.Lisans	Fizik	İnönü Üniversitesi	2012-2014

Projelerde Yaptığı Görevler:

1. “Sn-Ag-Cu nanotellerinin elektrokimyasal empedans spektroskopisi özellikleri”, *İnönü üniversitesi araştırma fonu. 2012/33, Araştırmacı*, 2012
2. “Manyetik Nanotellerde Manyetoempedans Etki”, *Tübitak/111T761, Araştırmacı*, 2013.

ESERLER

A. Web of Science da (SCI kapsamında) yayımlanan makaleler :

- A1-** V. Yagmur, F.E. Atalay, H. Kaya, D. Avcu and **E. Aydogmus** ,” Electrochemical Capacitance of Cobalt Oxide Nanotubes on Nickel Foam “ , Acta Physica Polonica A, **123**, (2013), 215.
- A2-** S. Atalay, H. Kaya, F.E. Atalay, **E. Aydoğmuş** “Magnetoimpedance effects in a CoNiFe nanowire array “ Journal of Alloys and Compounds, Volume **561**, (2013), 71-75
- A3-** **E. Aydogmus**, H. Kaya, F.E Atalay, S. Atalay, D.Avcu, “Magnetoimpedance effects in electrodeposited NiFe nanowire array” Acta Physica Polonica A, **125**, (2014), 227.
- A4-** D. Avcu, F.E Atalay, **E. Aydogmus**, H. Kaya, S. Atalay, “Magnetoimpedance of electrochemically produced NiFe and CoNiFe nanowires arrays” Acta Physica Polonica A, **125**, (2014), 230.

- A5-** F.E Atalay, **E Aydogmus**, H. Yigit, D.Avcu, H. Kaya, “The formation of free standing NiO nanostructures on Nickel foam” *Acta Physica Polonica A*, **125**, (2014), 224
- A6-** F.E Atalay, D.Asma, **E. Aydogmus**, H. Turanci, H. Kaya, “The fabrication of NiO microtubes using bacillus subtilus bacteria” *Acta Physica Polonica A*, **125**, (2014), 237
- A7-** H. Kaya, **E. Aydogmus** and D. Avcu, “Electrochemical impedance of Sn nanowires arrays” *Acta Physica Polonica A*, **125**, (2014), 307.
- A8-** D. Avcu, F.E. Atalay, S. Atalay, H. Kaya and **E. Aydogmus** “Magnetoresistance of Electrodeposited Co/Cu Multilayer Nanowires” submitted to, *Acta Physica Polonica A*.
- A9-** F.E. Atalay^a, D. Asma^b, **E. Aydogmus**^a, H. Kaya^a, E. Ozbey^b, D. Avcu^a “The Biofabrication of Nickel Oxide Nanostructures Using *Cladosporium Cladosporioides* Fungi ‘’ submitted to, *Acta Physica Polonica A*.

B. Uluslararası bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitabında (Proceedings) basılan bildiriler :

- B1-** F.E. Atalay, **E. Aydogmus**, S. Atalay, “Making Contacts to Single NiFe Nanowire for Conductivity Measurement”, *International Conference on Nanoscale Magnetism (ICNM 2013)*, SEPTEMBER 2-6, Istanbul, TURKEY.
- B2-** F.E. Atalay^a, D. Asma^b, H. Kaya^a, E. Ozbey^b, **E. Aydogmus**^a “The Fabrication of Metal Oxide Nanostructures Using *Deinococcus radiodurans* Bacteria for Supercapacitor ‘’

İLETİŞİM

Yazışma Adresi:	İnönü Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü Malatya/Türkiye 05535973287
e-posta :	ece_aydgms@hotmail.com